

**SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE**

ZAVRŠNI RAD

Alen Mulabdić

Zagreb, 2007.

**SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE**

ZAVRŠNI RAD

Voditelj rada:
Doc.dr.sc. Lidija Ćurković

Alen Mulabdić

Zagreb, 2007.

Zahvala

Zahvaljujem se svojim roditeljima, koji su mi pružili svesrdnu podršku tijekom mog studiranja na Fakultetu strojarstva i brodogradnje.

Zahvaljujem se mentorici doc. dr. sc. Lidiji Ćurković, koja mi je svesrdnom pomoći, dragocjenim savjetima, prijedlozima i sugestijama omogućila da uspješno završim ovaj rad.

Zahvaljujem se svim djelatnicima na zavodu na pomoći tijekom pripreme i izvođenja eksperimenata te brojnim korisnim savjetima.

Zahvaljujem se Mattu Darku Sertiću iz tvrtke Applied Ceramics, Inc., Fremont, Kalifornija, USA na pripravi ispitnih uzoraka.

Izjava

Izjavljujem da sam završni rad na temu "Gustoća i mikrostruktura aluminijske oksidne keramike" izradio samostalno koristeći navedenu stručnu literaturu i znanje stečeno tijekom studija.

Stručnu pomoć u odabiru literature, definiranju postupaka te korisnim savjetima prilikom izrade svesrdno mi je pružila mentorica doc. dr. sc. Lidija Čurković.

Alen Mulabdić

POPIS SLIKA

- Slika 1. Paulijeva skala elektronegativnosti
- Slika 2. Udio ionskog karaktera veze obzirom na razliku elektronegativnosti
- Slika 3. Shematski prikaz stabilne i nestabilne koordinacije kationa i aniona
- Slika 4. Shematski prikaz polikristalnog uzorka.
- Slika 5. Tipična mikrostruktura keramike koja se može vidjeti optičkim mikroskopom.
- Slika 6. Struktura α - Al_2O_3 .
- Slika 7. Položaj oktaedarskih intersticijskih mjesta (praznina) u HCP jediničnoj ćeliji.
- Slika 8. Mikrostruktura aluminij oksidne keramike „toplinski jetkane“.
- Slika 9. Mikrostruktura aluminijeva oksida (99,7 %).
- Slika 10. Mikrostruktura mikrokristalne aluminijeve oksidne keramike.
- Slika 11. Mikrostruktura grubokristalne aluminijeve oksidne keramike
- Slika 12. Utjecaji na mikrostrukturu.
- Slika 13. Grubozrnati Al_2O_3 prah.
- Slika 14. Finozrnati Al_2O_3 prah.
- Slika 15. Granulat aluminijeva oksida za prešanje.
- Slika 16. Izostatičko prešanje s područjima različitog zgušnjavanja (siva područja).
- Slika 17. Ekstrudiranje.
- Slika 18. Lijevanje tankih folija.
- Slika 19. Stroj za lijevanje tankih folija.
- Slika 20. Visokotemperaturna peć za sinteriranje sa kontrolom temperature.
- Slika 21. Rast zrna tijekom procesa sinteriranja.
- Slika 22. Proces sinteriranja.
- Slika 23. Usporedba svojstava keramike, metala i polimera.
- Slika 24. Ulijevanje uzoraka: a) uzorak u masi,
b) ulijevanje na toplo i
c) ulijevanje na hladno.
- Slika 25. Dijagram tijeka pripreme uzorka za keramografiju.
- Slika 26. Priprema keramičkog praška za oblikovanje.
- Slika 27. Sijanje Al_2O_3 praška nakon sušenja raspršivanjem.
- Slika 28. Automatska tresilica za sitenu analizu.
- Slika 29. Izostatička preša.

- Slika 30. Primjer jednog ispitnog uzorka sirovca aluminijevog oksida (Al_2O_3).
- Slika 31. Analitička vaga za mjerenje mase ispitnih uzoraka te za određivanje Archimedove gustoće sinteriranih ispitnih uzoraka.
- Slika 32. a) Visokotemperaturna peć za sinteriranje
b) kontrola temperature u peći.
- Slika 33. SEM snimke uzoraka Al_2O_3 sirovine i keramičkog praška (granulata) uz različito povećanje.
- Slika 34. Razdioba veličina zrna granulata aluminijevog oksida (Al_2O_3) nakon sušenja raspršivanjem (SD).
- Slika 35. Utjecaj veličine zrna aluminijevog oksida i tlaka prešanja na gustoću sirovca.
- Slika 36. Utjecaj veličine zrna granulata aluminijevog oksida i tlaka prešanja na gustoću sinteriranih uzoraka.
- Slika 37. Stanje površine 99,8 %-tne aluminijeve oksidne keramike:
(a) nakon poliranja 15 μm dijamantnom pastom;
(b) nakon poliranja 6 μm dijamantnom pastom;
(c) 3 μm dijamantnom pastom i
(d) 1 μm dijamantnom pastom.
- Slika 38. Mjerenje tvrdoće po Vickersu:
a) shematski prikaz dijamantne piramide i otiska nakon mjerenja tvrdoće;
b, c) otisak dijamantne piramide na poliranoj površini 99,8 %-tne aluminijeve oksidne keramike nakon mjerenja tvrdoće HV1, uz različito povećanje.
- Slika 39. Mikrostruktura aluminijeve oksidne keramike

POPIS TABLICA

- Tablica 1. Udio ionskog karaktera veze za neke keramičke materijale
- Tablica 2. Koordinacijski broj i vrsta koordinacijskog poliedra u ionskim kristalima obzirom na vrijednosti omjera r (kationa)/ r (aniona).
- Tablica 3. Neke uobičajne strukture keramike.
- Tablica 4. Tijek postupaka proizvodnje keramike.
- Tablica 5. Dobre i loše strane uobičajenih postupaka oblikovanja.
- Tablica 6. Tipične temperature sinteriranja keramičkih materijala.
- Tablica 7. Skupljanje nekih keramičkih materijala.
- Tablica 8. Mogući postupci završne obrade.
- Tablica 9. Sita za sitenu analizu prema U.S. standard A.S.T. M. E-11.
- Tablica 10. Kemijski sastav uzorka sirovine i granulata aluminijevog oksida (Al_2O_3).
- Tablica 11. Sitena analiza praška granulata aluminijevog oksida (Al_2O_3) nakon sušenja raspršivanjem (SD).
- Tablica 12. Dimenzijska gustoća sirovaca za uzorke keramičkog praška aluminijevog oksida (Al_2O_3) koji su prešani tlakom od 90 MPa.
- Tablica 13. Skupljanje i Archimedova gustoća sinteriranih uzorka aluminijeve oksidne (Al_2O_3) keramike, za uzorke koji su prešani tlakom od 90 MPa.
- Tablica 14. Dimenzijska gustoća sirovaca za uzorke keramičkog praška aluminijevog oksida (Al_2O_3) koji su prešani tlakom od 69 MPa.
- Tablica 15. Skupljanje i Archimedova gustoća uzorka aluminijeve okside (Al_2O_3) keramike nakon sinteriranja, za uzorke koji su prešani tlakom od 69 MPa.
- Tablica 16. Dimenzijska gustoća sirovaca za uzorke keramičkog praška aluminijevog oksida (Al_2O_3) koji su prešani tlakom od 58 MPa.
- Tablica 17. Skupljanje i Archimedova gustoća uzorka aluminijeve okside (Al_2O_3) keramike nakon sinteriranja, za uzorke koji su prešani tlakom od 58 MPa.
- Tablica 18. Dimenzijska gustoća sirovaca za uzorke keramičkog praška aluminijevog oksida (Al_2O_3) koji su prešani tlakom od 35 MPa.
- Tablica 19. Skupljanje i Archimedova gustoća uzorka aluminijeve okside (Al_2O_3) keramike nakon sinteriranja, za uzorke koji su prešani tlakom od 35 MPa.

SADRŽAJ

ZAHVALA

IZJAVA

POPIS SLIKA

POPIS TABLICA

<u>1.</u>	<u>UVOD</u>	1
<u>2.</u>	<u>TEORIJSKI DIO</u>	
2.1.	OPĆENITO O TEHNIČKOJ KERAMIKI I NJENOJ PRIMJENI	2
2.2.	PODJELA TEHNIČKE KERAMIKE	3
2.2.1.	PODJELA KERAMIKE PREMA VELIČINI ZRNA	3
2.2.2.	PODJELA TEHNIČKE KERAMIKE PREMA POJMOVIMA	3
2.2.3.	PODJELA TEHNIČKE KERAMIKE PREMA MINERALNOM, ODNOSNO KEMIJSKOM SASTAVU	4
2.2.3.1.	SILIKATNA KERAMIKA	4
2.2.3.2.	OKSIDNA KERAMIKA	4
2.2.3.3.	NEOKSIDNA KERAMIKA	5
2.3.	STRUKTURA KERAMIKE	5
2.3.1.	IONSKI KRISTALI	8
2.4.	ALUMINIJEVA OKSIDNA KERAMIKA (Al_2O_3)	11
2.4.1.	PODRUČJA PRIMJENE ALUMINIJEVE OKSIDNE KERAMIKE (Al_2O_3)	14
2.5.	OPIS POSTUPAKA PROIZVODNJE I OBRADE TEHNIČKE KERAMIKE	15
2.5.1.	SIROVINE I ADITIVI	16
2.5.2.	PRIPRAVA MASE	17
2.5.3.	OBLIKOVANJE	18
2.5.3.1.	IZOSTATIČKO PREŠANJE	18
2.5.3.2.	EKSTRUDIRANJE	19
2.5.3.3.	INJEKCIJSKO LIJEVANJE (PREŠANJE)	19
2.5.3.4.	SUSPENZIJSKO LIJEVANJE	19
2.5.3.5.	LIJEVANJE FOLIJA	20

2.5.4.	SINTERIRANJE (PEČENJE)	22
2.5.5.	POSTUPCI OBRADE	25
2.6.	KERAMOGRAFIJA	28
2.6.1.	IZRADA KERAMOGRAFSKIH UZORAKA	29
2.6.1.1.	UZIMANJE UZORAKA REZANJEM	29
2.6.1.2.	ULIJEVANJE UZORAKA U POLIMERNI MATERIJAL	30
2.6.1.3.	MEHANIČKA PRIPREMA UZORKA: BRUŠENJE I POLIRANJE	31
2.6.1.4.	ANALIZA UZORKA NAKON POLIRANJA	32
2.6.1.5.	NAGRIZANJE	32
2.6.1.6.	ANALIZA UZORKA NAKON NAGRIZANJA	32

3. EKSPERIMENTALNI DIO

3.1.	SIROVINE, ADITIVI I PRIPREMA GRANULATA ALUMINIJEVOG OKSIDA (Al_2O_3) ZA OBLIKOVANJE	34
3.1.1.	KVALITATIVNA ANALIZA SIROVINE I GRANULATA ALUMINIJEVOG OKSIDA SKENING ELEKTRONSKIM MIKROSKOPOM (SEM)	35
3.2.	ODREĐIVANJE RAZDIOBE VELIČINE ZRNA GRANULATA ALUMINIJEVOG OKSIDA (Al_2O_3)	35
3.2.1.	POSTUPAK ODREĐIVANJA RAZDIOBE VELIČINE ZRNA GRANULATA ALUMINIJEVOG OKSIDA (Al_2O_3)	36
3.3.	OBLIKOVANJE UZORAKA IZOSTATIČKIM PREŠANJEM	37
3.4.	SINTERIRANJE I ODREĐIVANJE GUSTOĆE SINTERIRANIH UZORAKA	38
3.5.	PRIPREMA SINTERIRANOG UZORKA ALUMINIJEVE OKSIDNE KERAMIKE (Al_2O_3) ZA KERAMOGRAFIJU	40
3.5.1	ZALIJEVANJE UZORKA	40
3.5.2	BRUŠENJE (Diamond Grinding Disc)	40
3.5.3	POLIRANJE	40
4.	<u>REZULTATI I DISKUSIJA</u>	42
4.1.	KEMIJSKI SASTAV SIROVINE I KERAMIČKOG PRAŠKA (Al_2O_3)	42
4.2.	SEM SNIMKE UZORAKA Al_2O_3 SIROVINE I KERAMIČKOG PRAŠKA	42

4.3.	REZULTATI SITENE ANALIZE PRAŠKA GRANULATA ALUMINIJEVOG OKSIDA (Al_2O_3)	43
4.4.	REZULTATI GUSTOĆE SIROVCA, SINTERIRANIH UZORAKA ALUMINIJEVOG OKSIDA (Al_2O_3)	44
4.5.	UTJECAJ VELIČINE ZRNA GRANULATA ALUMINIJEVOG OKSIDA I TLAKA PREŠANJA NA GUSTOĆU SIROVCA I SINTERIRANIH UZORAKA	51
4.6.	REZULTATI KERAMOGRAFIJE	53
<u>5.</u>	<u>ZAKLJUČAK</u>	57
<u>6.</u>	<u>LITERATURA</u>	58

1. UVOD

Aluminijev oksid (Al_2O_3) je najvažniji materijal iz grupe oksidne keramike s najširoom primjenom. Najznačajnija svojstva gusto sinteriranog aluminijevog oksida jesu: visoka čvrstoća i tvrdoća, temperaturna stabilnost, velika otpornost na trošenje i korozijska postojanost pri povišenim temperaturama.

Kemijska, mehanička i tribološka svojstva tehničke keramike ovise o nizu čimbenika od kojih su najznačajniji: kemijski sastav, mikrostruktura i stanje površine. Vrlo važan je odabir sirovine obzirom na vrstu, čistoću, veličinu zrna i specifičnu površinu. Isto tako treba pažljivo odabirati sljedeća pomoćna sredstva (aditive): anorganska pomoćna sredstva za sinteriranje, pomoćna sredstva za oblikovanje, sredstva za tečenje, plastifikatore i očvršćivače.

Procesi pri sinteriranju keramičkih izradaka vrlo su kompleksni i odvijaju se različitim brzinama, ovisno o čistoći sirovine, veličini zrna, gustoći i atmosferi. Mehaničke pogreške keramičkih materijala pojavljuju se uglavnom zbog mikrostrukturnih pogrešaka. Glavni uzroci loma keramike su poroznost i uključci, površinske pukotine nastale kod završne obradbe površina i velika zrna nastala tijekom proizvodnje. Pore su mjesta u krhkoj keramici gdje se koncentriraju naprezanja koja, kada dosegnu kritičnu vrijednost, uzrokuju nastajanje mikropukotine koje se šire vrlo brzo. U kompaktnom keramičkom materijalu u kojem nema velikih pora, veličina pukotina je obično povezana s veličinom zrna. Keramika sa sitnijim zrnima ima manje mikropukotine na granicama zrna i njena je čvrstoća veća od one s većim zrnima.

U radu će se odrediti razdioba veličine zrna granulata aluminijevog oksida (Al_2O_3). Ispitat će se utjecaj veličine zrna granulata aluminijevog oksida (Al_2O_3) i tlaka prešanja na gustoću sirovca i gustoću sinteriranih uzoraka keramike. Dobivene vrijednosti gustoće sinterirane aluminij oksidne keramike usporedit će se sa vrijednostima teorijske gustoće navedene keramike. Na poliranom uzorku sinterirane aluminij oksidne keramike odredit će se tvrdoća po Vickersu. Nakon toplinskog nagrizanja odredit će se veličina zrna aluminij oksidne keramike.

2. TEORIJSKI DIO

2.1. OPĆENITO O TEHNIČKOJ KERAMIKI I NJENOJ PRIMJENI

Keramički materijali su anorganski materijali sastavljeni od metalnih i nemetalnih elemenata spojenih ionskim i/ili kovalentnim vezama. Mnogostruke mogućnosti primjene keramičkih proizvoda temelje se na specifičnim svojstvima keramičkih materijala. Dobra svojstva su visoka tvrdoća, visoka tlačna i savojna čvrstoća, visoka otpornost na puzanje, visoki modul elastičnosti, niska toplinska i električna vodljivost, visoka otpornost na trošenje, mala gustoća, niska toplinska rastezljivost i kemijska postojanost. Nedostatci su mala žilavost, niska otpornost na toplinski umor, niska vlačna čvrstoća i veliko rasipanje vrijednosti za mehanička svojstva.

U pravilu su keramički materijali oblikovani pri sobnoj temperaturi iz sirove mase te postižu svoja tipična svojstva nakon postupka pečenja, odnosno sinteriranja, pri visokim temperaturama (visokokvalitetna keramika) [1].

U anglosaksonskim jezicima pojam "ceramics" obuhvaća i staklo, emajl, staklokeramiku i anorganska vezivna sredstva (cement, vapno, gips) [1].

Zahvaljujući takvoj velikoj tvrdoći keramiku je moguće primijeniti za obradu čelika i drugih metala. Keramika velike tvrdoće i otpornosti na trošenje gotovo je savršen materijal za dijelove strojeva i industrijskih postrojenja gdje se javlja veliko trenje. Proizvodnja, primjerice papira, tekstila, žice i lima samo su neke od primjena u kojima veća produktivnost ovisi o jedinstvenoj postojanosti na trošenje keramičkih materijala. Zbog velike stabilnosti određeni keramički materijali mogu se mehanički obrađivati u oblike s vrlo točnim dimenzijama do manje od jednog μm . To se svojstvo pokazalo vrlo važnim pri izradi vrlo preciznih strojeva i različitih mjernih naprava. Pojedine vrste novih keramičkih materijala podnose vrlo visoke temperature kroz dulje vremensko razdoblje što ukazuje na veliku mogućnost primjene keramičkih materijala u autoindustriji. Od motora se zahtjeva sve veća učinkovitost i sve manja emisija plinova i čestica što se postiže povećanjem njihove radne temperature. Vjeruje se da će u budućnosti automobilski motor sadržavati većinu keramičkih dijelova [2].

2.2. PODJELA TEHNIČKE KERAMIKE

Tehnička keramika obuhvaća keramičke materijale i proizvode za tehničku primjenu.

2.2.1. PODJELA KERAMIKE PREMA VELIČINI ZRNA

Keramička industrija u Njemačkoj dijeli keramiku prema veličini zrna na:

- **grubu keramiku** (granična veličina zrna iznosi od 0,1 mm do 0,2 mm) i
- **finu keramiku** (ako su sastavni dijelovi strukture manji od 0,1 mm i nisu vidljivi okom, neovisno o materijalu) [1].

2.2.2. PODJELA TEHNIČKE KERAMIKE PREMA POJMOVIMA

Tehnička keramika može se podijeliti prema sljedećim pojmovima:

- **visokokvalitetna keramika** je visokorazvijen, visokokvalitetan keramički materijal koji je pretežno nemetalan i anorganski te posjeduje određena svrhovita svojstva,
- **konstrukcijska keramika** podrazumijeva materijale koji u bilo kojem obliku moraju izdržati mehanička opterećenja (npr. savojna i tlačna),
- **inženjerska keramika** (isto značenje kao i konstrukcijska keramika),
- **funkcionalna keramika** je visokokvalitetan materijal čija se svojstva koriste za neku aktivnu funkciju (npr. keramički dijelovi koji iskazuju posebna električna, magnetska, dielektrična ili optička svojstva),
- **elektrokeramika** je visokokvalitetna keramika koja se, na temelju svojih specifičnih svojstava, primjenjuje u elektrotehnici i elektronici,
- **reзна keramika** je visokokvalitetna keramika, koja je zbog svoje otpornosti na trošenje i visoke temperature, prikladna za izradu alata za obradu odvajanjem čestica (tokarenje, bušenje, glodanje),
- **biokeramika** je visokokvalitetna keramika koja se primjenjuje u medicini, tj. u ljudskom organizmu (za nadomjestke, izradu i popravak tvrdog tkiva, kostiju, zubi itd.).

Podjela po ovim pojmovima ipak nije toliko sadržajna da bi mogla strogo odrediti njihove granice [1].

2.2.3. PODJELA TEHNIČKE KERAMIKE PREMA MINERALNOM, ODNOSNO KEMIJSKOM SASTAVU

Tehnička keramika se najčešće dijeli prema pojmovima koji su navedeni u prethodnom poglavlju. Budući da prema tim pojmovima nije moguća jasna klasifikacija ove vrste materijala, oni se još dodatno dijele prema mineralnom, odnosno kemijskom sastavu.

Prema mineralnom, odnosno kemijskom sastavu tehnička keramika se može podijeliti u sljedeće grupe:

1.2.3.1. Silikatna

1.2.3.2. Oksidna keramika

1.2.3.3. Neoksidna keramika



suvremeni, novi keramički materijali.

2.2.3.1. SILIKATNA KERAMIKA

Silikatna keramika je najstarija vrsta keramike. U silikatnu keramiku se ubrajaju: tehnički porculan, steatit, kordijerit, mulit. Glavne sirovine ovih višefaznih materijala su glina i kaolin, glinenci i talk (milovka) kao nosioci silicija. Sinterirani izradak sadrži osim kristalnih faza i visok udio staklene faze ($> 20\%$) čiji je glavni sastojak silicijev oksid (SiO_2). Silikatna keramika je bitno jeftinija i pristupačnija od oksidne i neoksidne keramike zbog relativno niskih temperatura sinteriranja, dobre kontrole procesa i velike dostupnosti prirodne sirovine. Za proizvodnju oksidne i neoksidne keramike nužni su skupi sintetički prašci i visoke temperature sinteriranja [1].

Silikatna keramika se rabi u termotehnici, mjernoj i regulacijskoj tehnici, procesnoj tehnici, u tehnici visokog i niskog napona (izolatori, osigurači, katalizatori i kućišta) te se primjenjuje za izradu elektroinstalacija. Silikatna keramika se primjenjuje i za izradu vatrostalnih proizvoda.

2.2.3.2. OKSIDNA KERAMIKA

Pod pojmom oksidna keramika podrazumijeva se materijal koji se uglavnom sastoji od jednokomponentnih i jednofaznih metalnih oksida ($> 90\%$). [1] Ovi materijali imaju izuzetno nizak ili nikakav udio staklene faze. Sirovine su proizvedene sintetičkim načinom i imaju visok stupanj čistoće.

2. TEORIJSKI DIO

Pri visokim temperaturama sinteriranja nastaje ujednačena mikrostruktura koja je odgovorna za poboljšana svojstva.

Primjeri jednokomponentnog sustava oksidne keramike: aluminijev oksid, magnezijev oksid, cirkonijev oksid, titanov oksid.

Primjeri višekomponentnog sustava oksidne keramike:

- miješana oksidna keramika (npr. aluminijev titanat, olovni cirkonij-titanat),
- kompozitna keramika (npr. aluminijev oksid ojačan cirkonijskim oksidom) .

2.2.3.3. NEOKSIDNA KERAMIKA

U neoksidnu keramiku spadaju materijali na temelju spojeva bora, ugljika, dušika i silicija (ovdje ne spadaju ugljični proizvodi od amornog grafita) [1]. Najvažniji predstavnici neoksidne keramike jesu: silicijev karbid, silicijev nitrid, aluminijev nitrid, bor-karbid i dr.

Mnoga svojstva keramičkih materijala su određena njihovom mikrostrukturom. Ciljanim stvaranjem određenih mikrostruktura, što se još naziva i "krojenjem po mjeri" strukture, može se utjecati na mehanička i fizikalna svojstva i to u različitim smjerovima.

2.3. STRUKTURA KERAMIKE

Struktura čvrstih (krutih) tvari ovisi o:

- VRSTI VEZA IZMEĐU STRUKTURNIH JEDINICA
 - strukturne jedinice: atomi, ioni, molekule, makromolekule.
- SLAGANJU STRUKTURNIH JEDINICA:
 - kristalna struktura (pravilan raspored strukturnih jedinica dugog dosega):
npr. metali, legure, keramika.
 - amorfna struktura (pravilan raspored strukturnih jedinica kratkog dosega): npr. staklo.
 - kombinacija kristalne i amorfne strukture: npr. polimeri.

Kod keramičkih materijala susrećemo dvije grupe kristala na osnovi primarnih (međuatomskih, kemijskih) veza [3,4]:

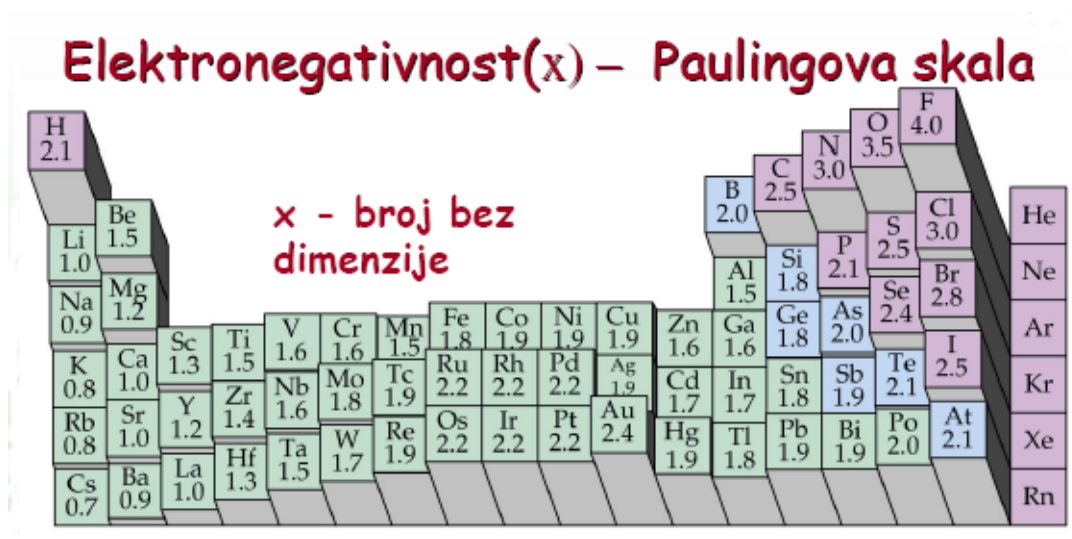
1. IONSKI KRISTALI

2. KOVALENTNI KRISTALI

← Jake Slabe →
 KOVALENTNA IONSKA METALANA FIZIKALNE VEZE

Udio ionskog karaktera veze u mješovitom tipu veze može se približno izračunati prema Paulingovoj empirijskoj jednadžbi:

$$X_B = \text{elektronegativnost elementa B}$$

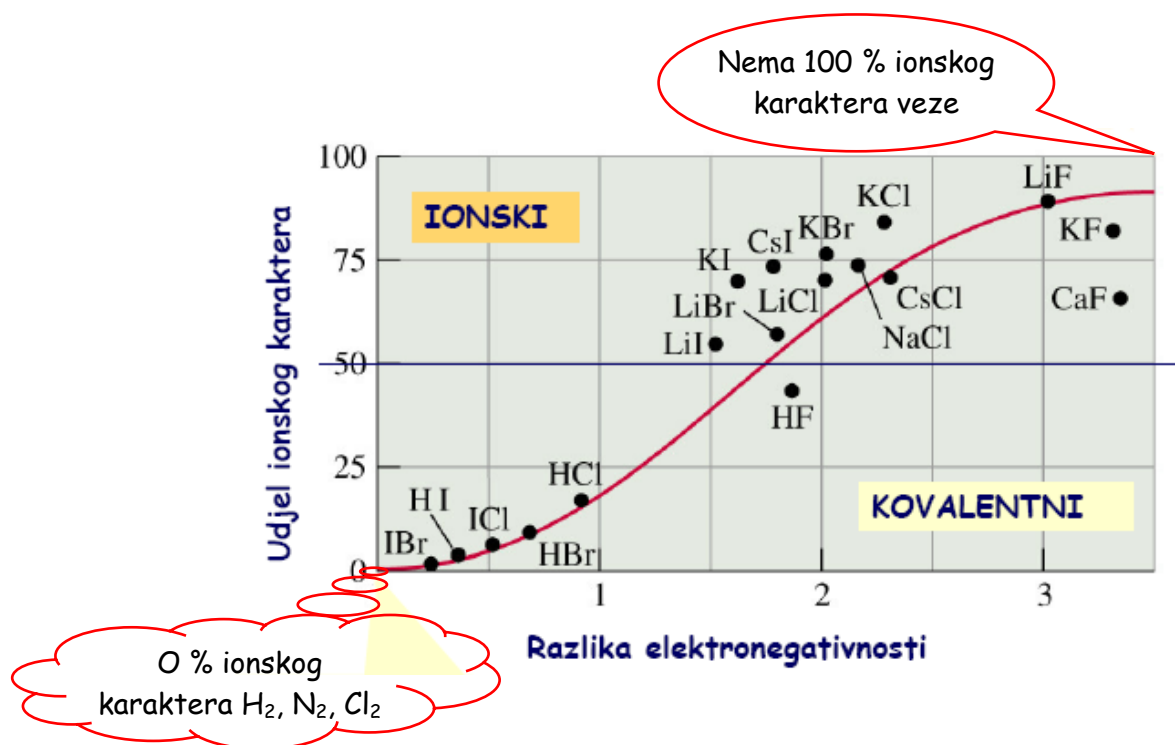


Slika 1. Paulijeva skala elektronegativnosti.

Npr. udio ionskog karaktera veze u Al_2O_3 keramici je (elektronegativnost aluminija (Al) je 1,5; a kisika (O) je 3,5):

$$\begin{aligned} \text{Udio ionskog karaktera veze (Al}_2\text{O}_3) &= \{1 - \exp[-0,25(X_A - X_B)^2]\} 100 \\ &= \{1 - \exp[-0,25(3,5 - 1,5)^2]\} 100 = 63 \% \end{aligned}$$

2. TEORIJSKI DIO



Slika 2. Udio ionskog karaktera veze obzirom na razliku elektronegativnosti.

Tablica 1. Udio ionskog karaktera veze za neke keramičke materijale .

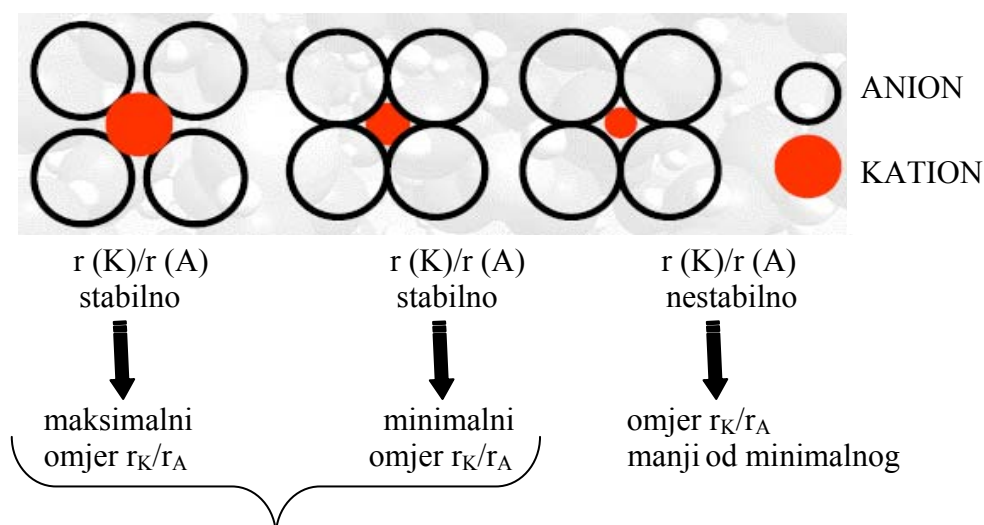
Materijal	udjel ionskog karaktera veze, %
CaF_2	89
MgO	73
$NaCl$	67
Al_2O_3	63
SiO_2	51
Si_3N_4	30
ZnS	18
SiC	12

2. TEORIJSKI DIO

2.3.1. IONSKI KRISTALI

Ionski kristali nastaju tako da manji kationi popunjavaju praznine između većih aniona. Koordinacijski broj (KB) i vrsta praznine (koordinacijski poliedar) koji kationi popunjavaju ovisi o omjeru $r(\text{kationa})/r(\text{aniona})$ [3,4].

Za stabilnu koordinaciju kation i anion moraju biti u kontaktu.




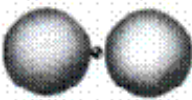

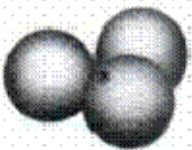
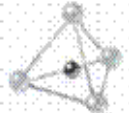
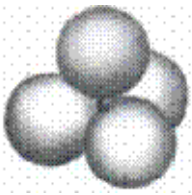
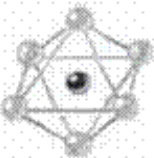
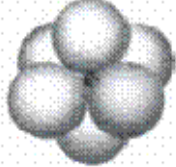
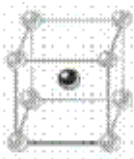
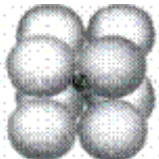
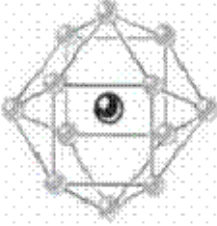
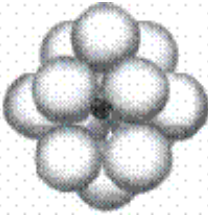
Anioni koji okružuju kation su u dodiru sa kationom.

Slika 3. Shematski prikaz stabilne i nestabilne koordinacije kationa i aniona.

Koordinacijski brojevi i vrste koordinacijskog poliedra (praznina) u ionskim kristalima obzirom na vrijednosti omjera $r(\text{kationa})/r(\text{aniona})$ prikazani su u tablici 2.

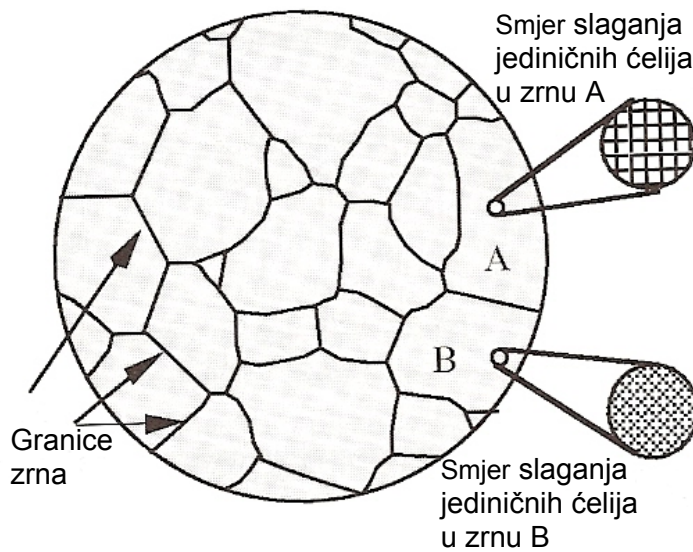
2. TEORIJSKI DIO

Tablica 2. Koordinacijski broj i vrsta koordinacijskog poliedra u ionskim kristalima obzirom na vrijednosti omjera r (kationa)/ r (aniona) [3,4].

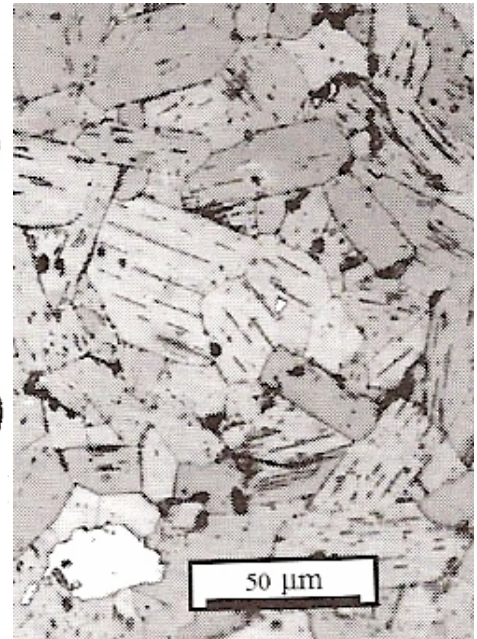
$r(K^+)/r(A^-)$	KB	vrsta praznine koju kationi popunjavaju	koordinacijski poliedar	
$< 0,155$	2	linearni raspored		
$0,155 - 0,225$	3	trigonalna praznina		
$0,225 - 0,414$	4	tetraedarska praznina		
$0,414 - 0,732$	6	oktaedarska praznina		
$0,732 - 1,000$	8	kubična praznina		
$> 1,000$	12	kuboktaedarska praznina		

Kristalne tvari mogu biti u obliku monokristala ili polikristala. Kod **monokristala** je savršen raspored atoma u prostoru koji se proteže kroz cijeli materijal bez prekida. Mikrostruktura **polikristalne** tvari sastoji se od puno malih kristala koji se zovu kristalna zrna, zrna su međusobno odjeljena granicama zrna koja nemaju uređenu strukturu tj. pravilan raspored strukturnih jedinica (slika 4 i 5). U pravilu se za keramičke materijale veličina kristalnih zrna kreće u granicama od 1 do 50 μm i vidljiva su pod mikroskopom.

2. TEORIJSKI DIO



Slika 4. Shematski prikaz polikristalnog uzorka. Polikristal se sastoji od velikog broja KRISTALNIH ZRNA koja su odvojena GRANICAMA ZRNA koje nemaju pravilan raspored strukturnih jedinica [4].



Slika 5. Tipična mikrostruktura keramike koja se može vidjeti optičkim mikroskopom [4].

Tablica 3. Neke uobičajne strukture keramike [3,4].

Struktura	Jedinična ćelija	Kemijska formula
Cezijev klorid (CsCl)	SC	MX
Natrijev klorid (NaCl)	FCC	MX
Fluorit (CaF ₂)	FCC	MX ₂
Silikati (SiO ₂)	FCC	MX ₂
Korund (Al ₂ O ₃)	heksagonska	M ₂ O ₃
Perovskit (CaTiO ₃)	SC	M`M``X ₃
Spinel (MgAlO ₄)	FCC	M`M``X ₄

2.4. ALUMINIJEVA OKSIDNA KERAMIKA (Al_2O_3)

Aluminijev oksid (Al_2O_3) je najvažniji materijal iz grupe oksidne keramike s najširokom primjenom. Najznačajnija svojstva gusto sinteriranog aluminijeva oksida jesu:

- visoka čvrstoća i tvrdoća,
- temperaturna stabilnost,
- velika otpornost na trošenje i korozijska postojanost pri povišenim temperaturama.

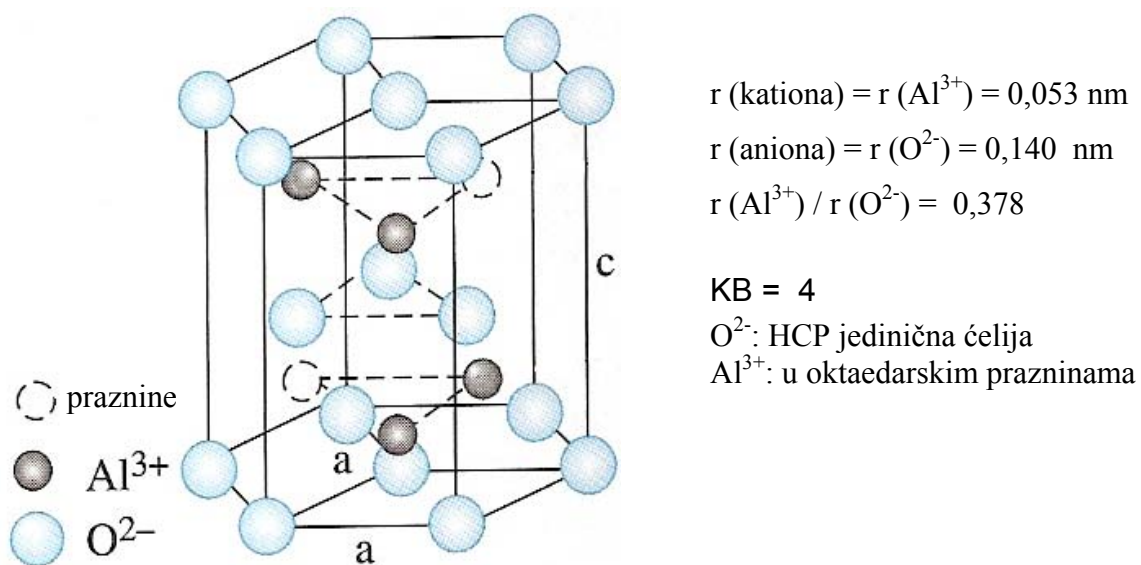
Zbog svojih odličnih karakteristika aluminij oksidna keramika neizostavna je u sljedećim područjima industrije:

- industrija žice i kablova,
- tekstilna industrija,
- industrija zavarivanja,
- oblaganje strojnih dijelova izloženih brzom trošenju usljed habanja ili kemijskih utjecaja.

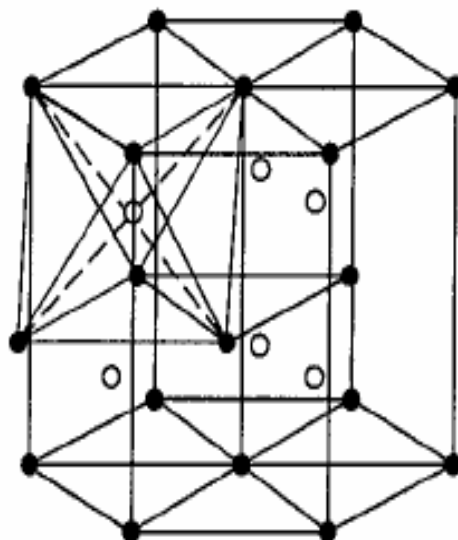
U praksi se najčešće koriste sintetički materijali s udjelom aluminijeva oksida u rasponu od 80 % do 99 %. Izbor materijala je određen tehničkim i ekonomskim kriterijima. Ako materijal ima viši udio aluminijeva oksida, to nužno ne znači da on zadovoljava sve tehničke zahtjeve u primjeni. Ovisno o načinu proizvodnje i sastavu praha za proizvodnju aluminijum oksidne keramike, moguće je dobiti različita mehanička svojstva s jednakim udjelima aluminijeva oksida.

Najstabilniji kristalni oblik Al_2O_3 je mineral korund ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$). Pored Al_2O_3 istu strukturu imaju: Fe_2O_3 , Cr_2O_3 , Ti_2O_3 , V_2O_3 . Struktura korunda se zasniva na heksagonskom najgušćem slaganju kisikovih iona (ABABABAB.....) sa ionima aluminijskih smještenih u 2/3 oktaedarskih intersticijskih mjesta [5].

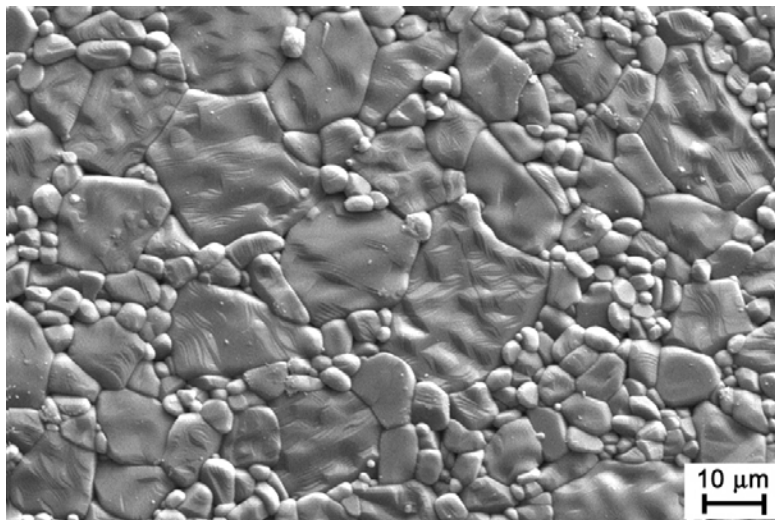
2. TEORIJSKI DIO



Slika 6. Struktura $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ [5].



Slika 7. Položaj oktaedarskih intersticijskih mjesta (praznina) u HCP jediničnoj ćeliji [5].



Slika 8. Mikrostruktura aluminij oksidne keramike „toplinski jetkane“ [1].



Slika 9. Mikrostruktura aluminijeva oksida (99,7 %) [1].

Pored ranije navedenih neizostavnih područja primjene aluminij oksidne keramike, važnu ulogu u elektrotehnici imaju materijali na bazi aluminijeva oksida.

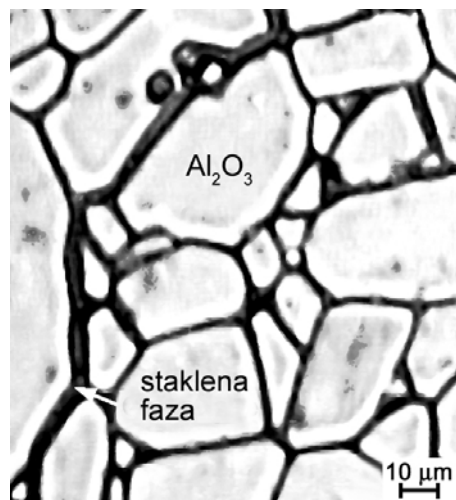
Neka posebna svojstva takvih materijala koja moraju zadovoljiti u primjeni su svojnja čvrstoća, otpornost na trošenje i otpornost na visoke temperature, upućuju na primjene u uvjetima visokih mehaničkih opterećenja.

2. TEORIJSKI DIO

Slike 10 i 11 prikazuju dvije različite mikrostrukture keramike aluminijeva oksida, a samim time i različita svojstva:



Slika 10. Mikrostruktura mikrokristalne aluminijeve oksidne keramike.



Slika 11. Mikrostruktura grubokristalne aluminijeve oksidne keramike.

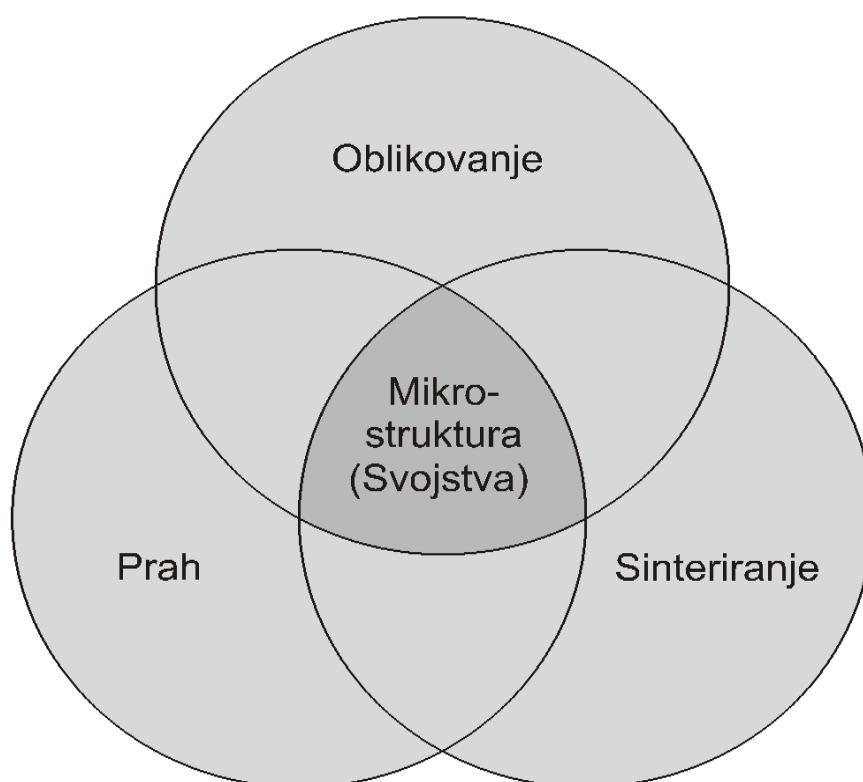
2.4.1. PODRUČJA PRIMJENE ALUMINIJEVE OKSIDNE KERAMIKE (Al₂O₃)

Zbog vrlo dobrog omjera cijene i kvalitete te univerzalnih svojstava oksidna se keramika na temelju aluminijeva oksida primjenjuje u sljedećim područjima:

- Industrijska sanitarija: brtveni elementi
- Elektrotehnika: izolacijski dijelovi
- Elektronika: supstrati
- Strojogradnja i postrojenja: dijelovi otporni na trošenje
- Kemijska industrija: materijal otporan na koroziju, otporan pri visokim temperaturama na pare, taljevinu i trosku.
- Mjerna tehnika: zaštitne cijevi termoelemenata za mjerenja pri visokim temperaturama
- Medicina: implantati
- Visoke temperature: sapnice plamenika, nosive cijevi grijača.

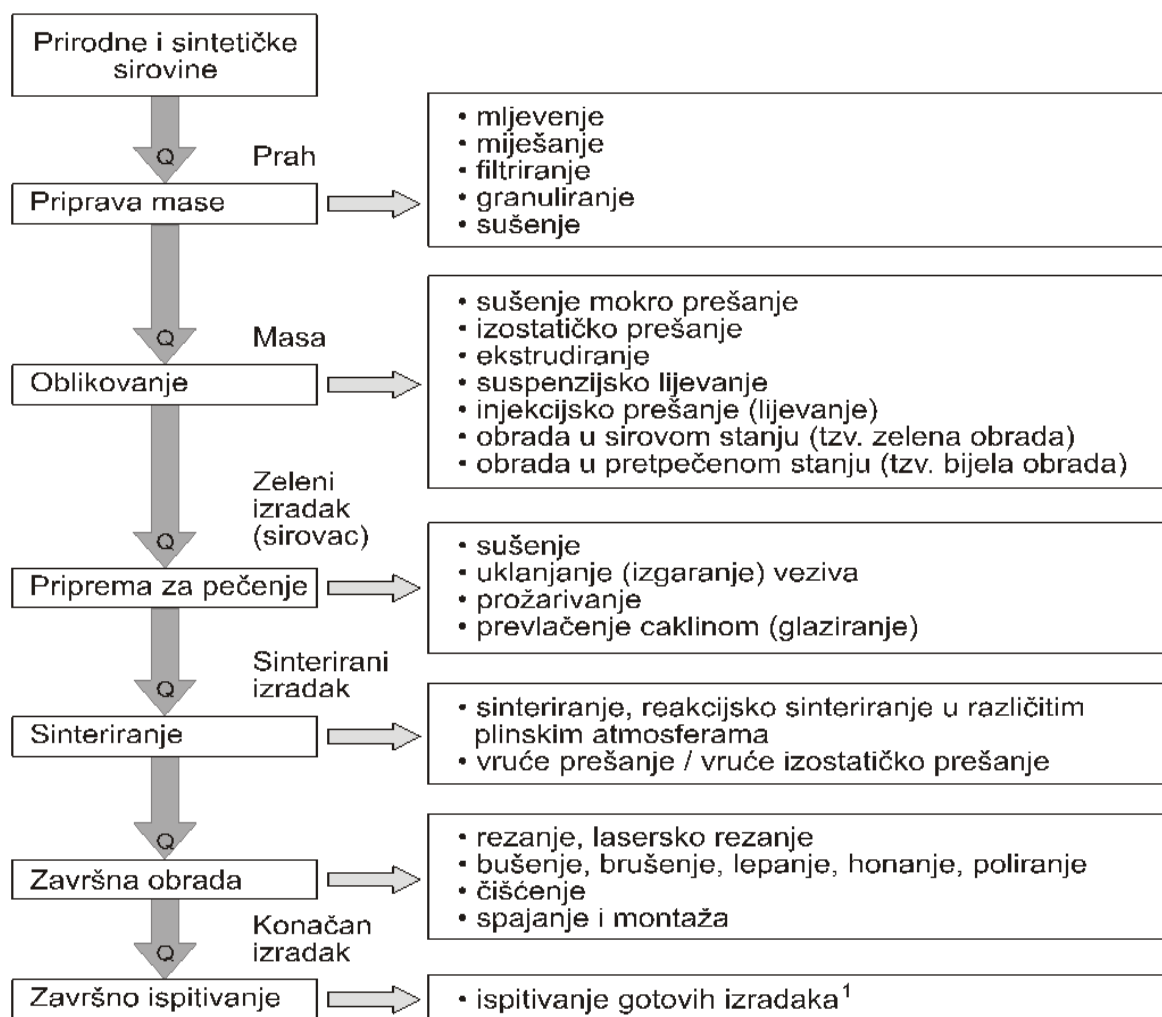
2.5. OPIS POSTUPAKA PROIZVODNJE I OBRADE TEHNIČKE KERAMIKE

U osnovnom procesu proizvodnje keramike na slici 12 se vidi da oblikovanje, prah i sinteriranje utječu na mikrostrukturu odnosno svojstva [1].



Slika 12. Utjecaji na mikrostrukturu.

Tablica 4. Tijek postupaka proizvodnje keramike. [1]



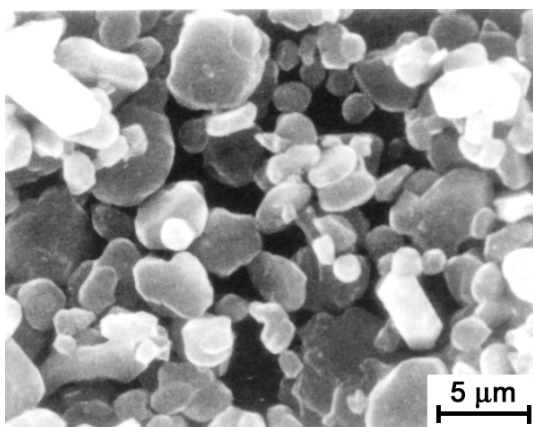
Q – mjere za osiguranje kvalitete

¹ – po specifičnim, zahtjevima kupaca

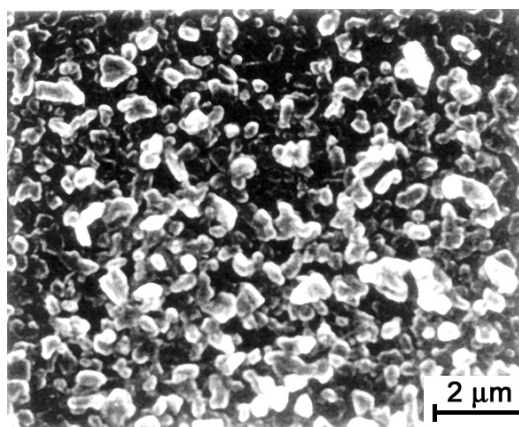
2.5.1. SIROVINE I ADITIVI

Kao polazna osnova sirovina određuje mnoge parametre s obzirom na čistoću, veličinu zrna, vrstu, a glavni parametar koji određuje je najpovoljniji postupak proizvodnje, a samim time radi lakše proizvodnje dodaju se različiti aditivi koji se dijele na :

- (anorganska) pomoćna sredstva za sinteriranje i (uglavnom organska) pomoćna sredstva za oblikovanje:
- sredstva za tečenje,
- plastifikatori i
- očvršćivači.



Slika 13. Grubozrnati Al_2O_3 prah.

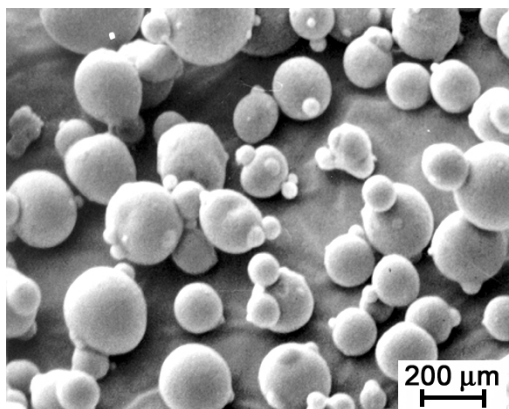


Slika 14. Finozrnati Al_2O_3 prah.

2.5.2. PRIPRAVA MASE

Postoje dvije mogućnosti:

- a) Proizvođači keramike dobivaju sirovine i sami poduzimaju daljnje korake pripreve završne mase:
 - suspenzije za lijevanje,
 - granulati za prešanje i
 - keramička tijesta (oblikovljive mase) za ekstrudiranje
- b) Proizvođači keramike dobivaju pripravljene mase i počinju s oblikovanje keramičkog procesa.



Slika 15. Granulat aluminijskoga oksida za prešanje.

2.5.3. OBLIKOVANJE

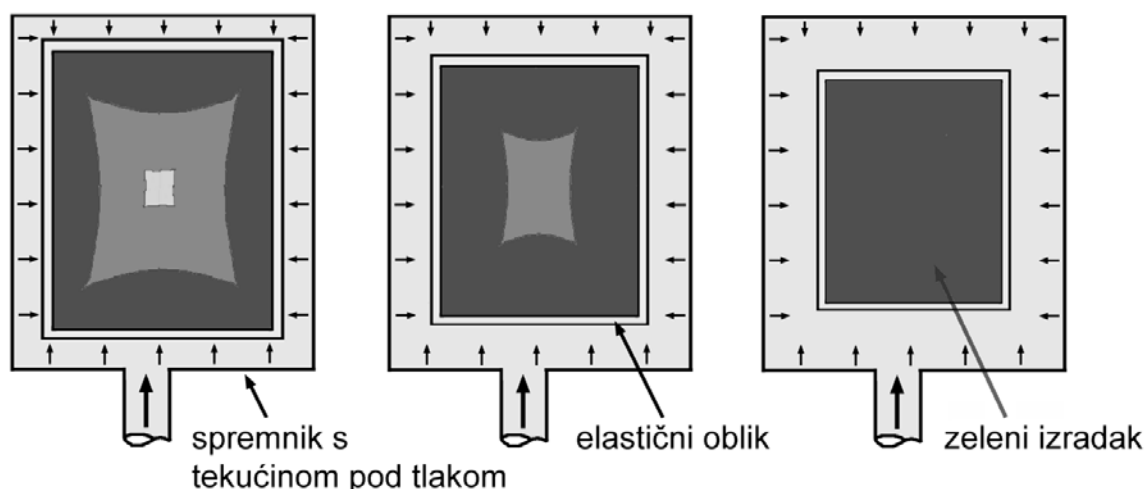
Ovdje se prahovi zgušnjavaju čime se dobivaju definirani oblici koji imaju dovoljnu čvrstoću za daljnje rukovanje. Ako je potrebno, ovi se oblikovani izradci u sirovom stanju (tzv. zeleni izradci ili sirovci) mogu i dalje relativno jeftino prerađivati prije pečenja jer je naknadna obrada ipak zahtjevnija i skuplja. Vrlo je važno da se različitim postupcima oblikovanja ne stvore različiti gradijenti gustoće i teksture, jer se to pečenjem može pojačati i dovesti do deformacija i uzrokovati nastajanje zaostalih naprezanja. Odabir prikladnog postupka oblikovanja provodi se najčešće prema ekonomskim kriterijima (racionalna izrada). [1]

Postupci oblikovanja keramike mogu se podijeliti u sljedeće temeljne skupine:

- Prešanje: ugušćivanje oblikovane mase praha (granulata), vlažnost 0–15 %.
- Plastično oblikovanje, vlažnost 15–25 %.
- Lijevanje, vlažnost > 25 %.

2.5.3.1. IZOSTATIČKO PREŠANJE

Izostatičko prešanje služi za proizvodnju odnosno oblikovanje proizvoda složenije geometrije i uglavnom za manje serije. Prednost je dobivanje ravnomjerno isprešanih sirovaca pogodnih za daljnju preradu u sirovom stanju. Izradu određenih proizvoda moguće je potpuno automatizirati (svječice, kugle za mljevenje, manji klipovi, sapnice za zavarivanje).

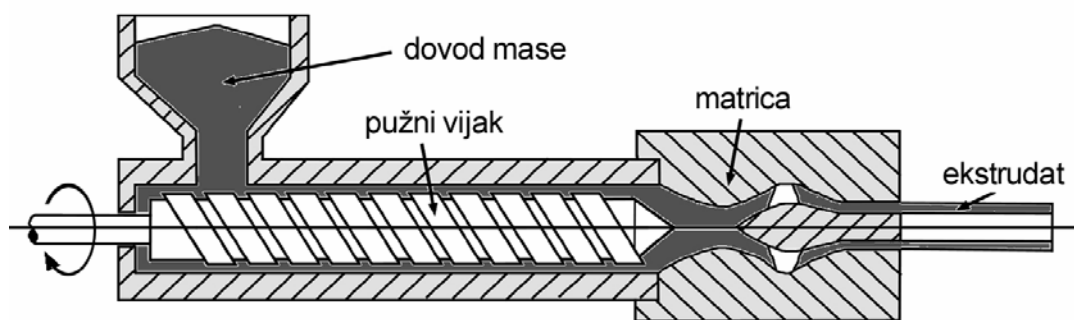


Slika 16. Izostatičko prešanje s područjima različitog zgušnjavanja (siva područja).

2.5.3.2. EKSTRUDIRANJE

Odvija se pomoću klipova ili pužnih vijaka u vakuumu. Nakon mješanja granulirana smjesa se ubrizgava u kalup, a nakon ekstrudiranja vezivo se uklanja otapanjem i/ili zagrijavanjem dok je završni korak sinteriranje. [1]

Važna je optimalna zgusnutost mase. Ekstrudiranjem se mogu posebno dobro proizvoditi rotacijski simetrični dijelovi kao što su osovine ili cijevi. Ako su kalupi za istiskivanje dobro konstruirani, moguća je i proizvodnja kompleksnijih oblika profila. Duljine proizvedenih ekstrudata najviše ovise o sklonosti radne mase izvijanju.



Slika 17. Ekstrudiranje.

2.5.3.3. INJEKCIJSKO LIJEVANJE (PREŠANJE)

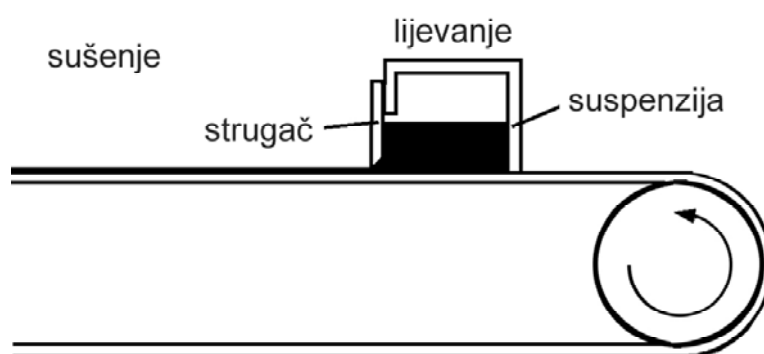
Uglavnom je prikladno za masovnu izradu kompliciranih dijelova. Primjenu ograničuju visoki troškovi alata i skupa veziva (uklanjanje organskih aditiva). Masa punjenja kod velikih strojeva za injekcijsko lijevanje iznosi obično do približno 70 g. Načelno treba predvidjeti što je moguće jednoličnije debljine stijenki, koje su ograničene do 12 mm. [1]

2.5.3.4. SUSPENZIJSKO LIJEVANJE

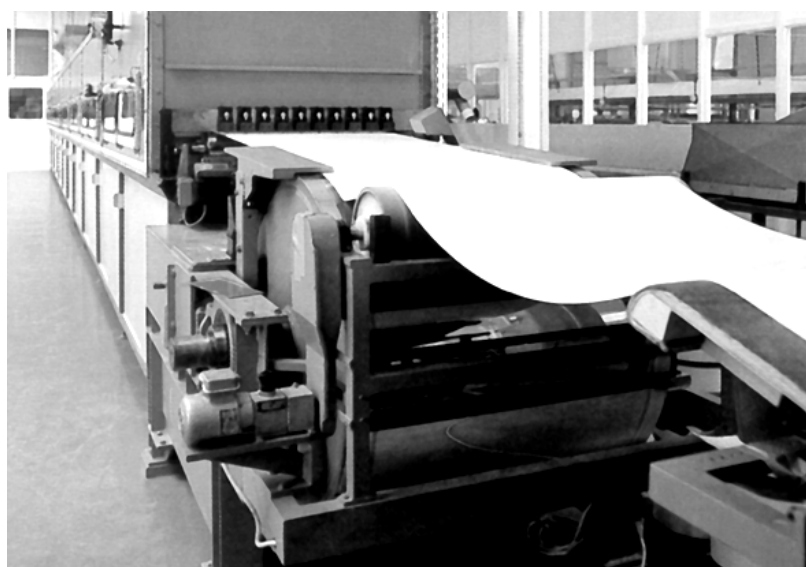
To je jednostavna metoda za proizvodnju prototipova i geometrijski kompliciranih dijelova kao i relativno velikih izradaka. Mogu se realizirati tanke stijenke i puna tijela. Pri lijevanju keramičke mase, stabilna se suspenzija (njem. Schlicker) ulijeva u porozne upijajuće gipsane oblike. Izdvajanjem suspenzijske tekućine stvara se na stijenkama sloj čestica koje u slučaju punog odljevka rastu do konačnog oblika izratka proizvoda. U slučaju šupljeg lijevanja suvišna masa suspenzije se izlijeva, nakon postizanja odgovarajuće debljine stijenke.

2.5.3.5. LIJEVANJE FOLIJA

Ovim postupkom lijevaju se keramičke suspenzijske mase s različitim dodacima na čelične beskonačne trake pogonjene valjcima. Masa kontinuirano curi na traku iz spremnika kroz podesivi otvor. U suprotnom smjeru od tečenja folije struji vrući zrak koji služi za sušenje, tako da se na kraju trake dobiva zelena (zbog organskih dodataka) fleksibilna folija. Folija se može namotati i kasnije obrađivati ili direktno rezati, štancati, kovati. Postupkom lijevanja folija mogu se proizvesti keramički dijelovi s debljinom od 0,25 do 1,0 mm. Ovaj je postupak pogodan za izradu supstrata, kućišta, kondenzatora i višeslojnih reaktora. [1]



Slika 18. Lijevanje tankih folija.



Slika 19. Stroj za lijevanje tankih folija.

2. TEORIJSKI DIO

Tablica 5. Dobre i loše strane uobičajenih postupaka oblikovanja. [1]

Postupci oblikovanja	Dobre strane	Loše strane
Suspenzijsko lijevanje	<ul style="list-style-type: none"> ▪ kompleksni dijelovi (tankostijeni, nesimetrični) ▪ nizak trošak materijala 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ komplicirana reologija ▪ hrapave površine ▪ problematično stvaranje oblika ▪ ograničena tolerancija oblika ▪ široka tolerancija mjera
Tlačno lijevanje (u usporedbi sa suspenzijskim lijevanjem)	<ul style="list-style-type: none"> ▪ brzo stvaranje komada ▪ mali gubici uslijed sušenja ▪ dobra dimenzijska stabilnost ▪ nema povratnog sušenja ▪ ne zahtijeva mnogo mjesta 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ skupi alati ▪ potrebne velike serije ▪ problematične organske otopine
Lijevanje folija	<ul style="list-style-type: none"> ▪ kontinuirana proizvodnja ▪ tanki slojevi ▪ dobra dimenzijska stabilnost ▪ velik proizvodni kapacitet 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ ograničena geometrija dijelova ▪ visoki investicijski troškovi ▪ nužno je sušenje
Injekcijsko lijevanje	<ul style="list-style-type: none"> ▪ kompleksne geometrije ▪ uske tolerancije ▪ dobra ponovljivost (reproducibilnost) ▪ vrlo dobra kvaliteta površine ▪ oštre konture ▪ velik broj komada 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ visoki troškovi alata ▪ veliko trošenje alata ▪ ograničena veličina izradaka ▪ skupo uklanjanje veziva ▪ neuobičajeni gradijenti gustoće
Ekstrudiranje	<ul style="list-style-type: none"> ▪ kontinuirana proizvodnja ▪ velik proizvodni kapacitet ▪ dijelovi velikih duljina ▪ jeftina proizvodnja 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ izražene teksture ▪ nužno sušenje
Suho prešanje	<ul style="list-style-type: none"> ▪ automatizirani procesi ▪ dobra ponovljivost ▪ dobra dimenzijska stabilnost ▪ ograničeno sušenje ▪ jeftina izrada velikog broja komada 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ ograničenja geometrije dijelova ▪ mogući gradijenti gustoće ▪ skupi alati za oblikovanje ▪ skupa priprema praha
Mokro/vlažno prešanje (u usporedbi sa suhim prešanjem)	<ul style="list-style-type: none"> ▪ dijelovi kompliciranih geometrija ▪ ravnomjerna raspodjela gustoće 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ nužno sušenje ▪ slabo zgušnjavanje ▪ veće tolerancije

Izbor postupka oblikovanja s tehničke strane ovisi o geometriji i veličini proizvoda, kao i o zahtjevima koji se pred njega postavljaju. Ekonomsko rješenje ovisi o broju komada, sirovini i troškovima procesa.

2.5.4. SINTERIRANJE (PEČENJE)

Konačna uporabna svojstva (viša čvrstoća, tvrdoća) keramičkih materijala koja mogu podnijeti različita opterećenja u praksi dobivaju se pečenjem pri visokim temperaturama, odnosno sinteriranjem (srašćivanjem). Sinteriranje se provodi na visokih temperaturama (tablica 6) dulje vrijeme u plinskoj ili električnoj peći (slika 20) uz postepeno grijanje i hlađenje i u odgovarajućoj atmosferi.

Sinteriranje je spajanje čestica pri visokoj temperaturi. Procesi pri sinteriranju keramičkih izradaka su vrlo kompleksni (višekomponentni sustavi) i odvijaju se različito brzo, ovisno o čistoći sirovina, veličini zrna, gustoći i atmosferi.

Sinteriranje može usljediti na temperaturi ispod temperature tališta (cca. $2/3 T_t$) u krutom stanju difuzijom atoma ali se u nekim stadijima sinteriranja može javiti i talina. Veza među česticama ostvaruje se stvaranjem „vrata“ na mjestu kontakta (slika 21, 22) [6].

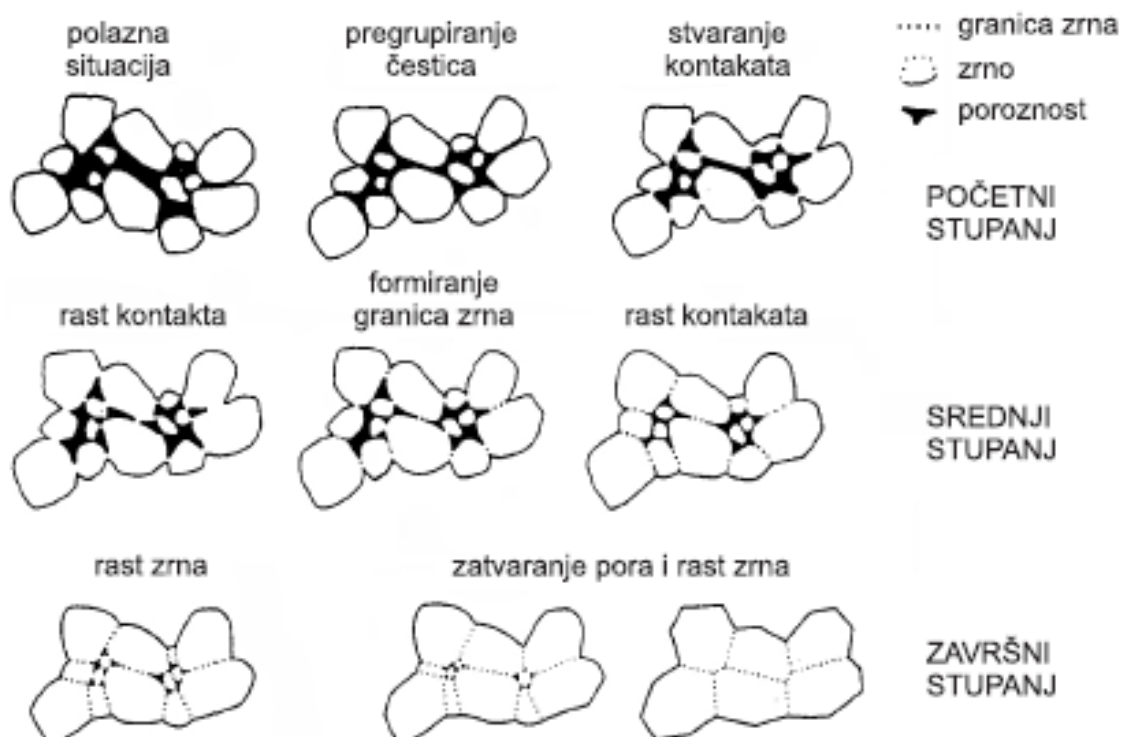
Tablica 6. Tipične temperature sinteriranja keramičkih materijala.

Keramika	Temperatura sinteriranja, °C
Porculan od glinice	oko 1250
Kvarcni porculan	oko 1300
Steatit	oko 1350
Kordijerit	1350 – 1400
Al_2O_3	1600 – 1800
RSiC	2300 – 2500
SSiC	oko 1900
Si_3N_4	oko 1700

2. TEORIJSKI DIO

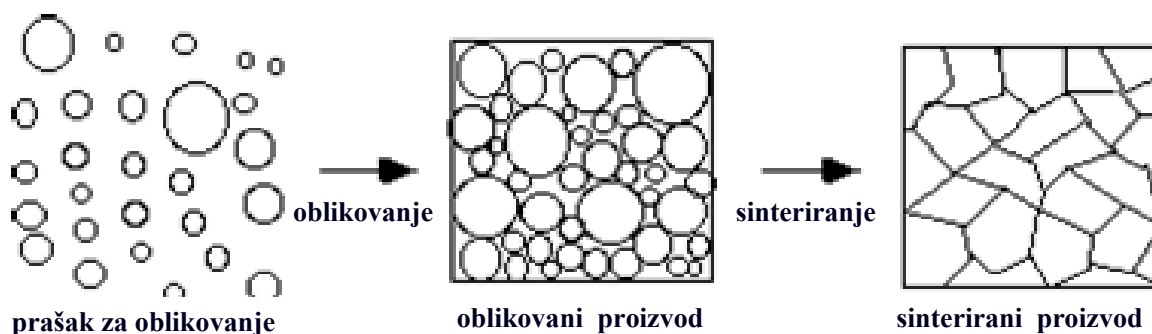


Slika 20. Visokotemperaturna peć za sinteriranje sa kontrolom temperature.



Slika 21. Rast zrna tijekom procesa sinteriranja.

2. TEORIJSKI DIO



Slika 22. Proces sinteriranja.

Proizvodi od oksidne keramike s visokim stupnjem čistoće sinteriraju se reakcijama u čvrstom stanju, što znači da su u tom slučaju potrebne i puno više temperature sinteriranja nego kod masa koje sadrže glinence, npr. porculan s visokim udjelom rastaljene faze.

U procesu pečenja dolazi do očvrnuća i zgušnjavanja proizvoda, što se očituje i u smanjenju poroznosti. I ovaj proces dovodi do smanjenja volumena što se još naziva skupljanje zbog pečenja. Ono može biti vrlo različito za pojedine keramičke materijale (tablica 7) [7].

Slično kao i kod sušenja, i prilikom pečenja keramičkih proizvoda mora se definirati vrijeme i odgovarajuća atmosfera. Ako se to loše izvede, može doći do povećanih zaostalih naprezanja, pogrešaka na izratku ili do nezadovoljavajućih svojstava. Tanji pločasti izradci i gusto oblikovani dijelovi bolje se ponašaju i dopuštaju brže pečenje od velikih dijelova s debljim stijenkama.

Tablica 7. Skupljanje nekih keramičkih materijala.

Materijal	Skupljanje, S
SISIC / RSIC	~ 0%
SSIC	18 – 20%
Porozni kordijerit	~ 3%
Porculan od glinice	~ 13 – 16%
Al_2O_3	ca. 18%
ZrO_2	~ 25%

2. TEORIJSKI DIO

Povišenjem temperature, neproporcionalno raste i utrošak energije potrebne za proces sinteriranja. Uz energiju, poseban trošak čine pomoćni keramički elementi pri pečenju izrađeni od kvalitetnih vatrostalnih materijala pomoću kojih se ravnomjerno raspoređuju izradci u komori.

2.5.5. POSTUPCI OBRADE

Postupci obrade: - obrada sirovaca – tzv. zelena obrada (nakon sušenja)

- tzv. bijela obrada (nakon izgaranja veziva i prepečenja) i

- tvrda obrada (nakon pečenja keramike) – završna obrada.

Postupcima završnih obrada mogu se postići uske tolerancije. Zbog visokih zahtjeva koji se stavljaju na točnost dimenzija, raznovrsnost oblika i stanje površine, tijekom obrade keramičkih dijelova nužna je primjena suvremenih alatnih strojeva. Zbog visoke tvrdoće keramičkih materijala koriste se dijamantni alati (vezano ili slobodno zrno) (tablica 8).

Tablica 8. Mogući postupci završne obrade [1].

Postupci	Materijal obrade	Cilj obrade
Brušenje	mehanički vezano zrno, mokro; dijamantne brusne ploče	gruba i fina obrada (npr. profilne, ležajne površine); izrada funkcionalnih površina prema zahtijevanim tolerancijama i stanjima površine
Režno brušenje	mehanički vezano zrno, mokro; dijamantne rezne ploče, dijamantne brusne ploče	rezanje sirovaca
Honanje	mehanički slobodno zrno, mokro; dijamantno honanje	poboljšanje dimenzijske stabilnosti i stanja površine (npr. klizne površine)
Lepanje, poliranje	mehanički slobodno zrno, mokro; dijamantna mješavina za lepanje	poboljšanje dimenzijske točnosti i stanja površine (npr. priprema za brušenje, neporozne površine)
Lepanje ultrazvučnim titranjem	mehanički slobodno zrno, mokro; dijamantna mješavina za lepanje	bušenje, graviranje
Rezanje vodenim mlazom	mehanički slobodno zrno, mokro	rezanje
Pjeskarenje	mehanički slobodno zrno, suho	uklanjanje mekih sastojaka s površine, ohrapavljenje površine
Erodiranje	električni; bakrene, volframove ili grafitne elektrode	kompleksni oblici, praktički samo za SISIC
Obrada laserom	toplinski; CO ₂ laser	bušenje, rezanje, brušenje

2. TEORIJSKI DIO

Mnogostruke mogućnosti primjene keramičkih proizvoda temelje se na specifičnim svojstvima keramičkih materijala koja često nisu dostižna ostalim materijalima.

Dobra svojstva su :

- velika tvrdoća,
- velika čvrstoća,
- visoke dopuštene temperature primjene,
- stabilnost oblika (specifična krutost),
- korozijska postojanost, otpornost na kemijske utjecaje bilo koje vrste,
- otpornost na atmosferilije,
- otpornost na trošenje,
- vrlo dobra električna izolacijska svojstva,
- dielektrična i feroelektrična svojstva,
- mala gustoća i
- mala i velika toplinska vodljivost.

Već prema sastavu i pripravi sirovine, kao i prema načinu oblikovanja i vrsti pečenja, svojstva pojedinih proizvoda mogu se u velikoj mjeri prilagoditi predvidivoj namjeni.

Smjer strelica (slika 23) nagovješćuje tendenciju u usporedbi svojstava. Konkretnije iskazivanje ovisi o primjeru primjene. Deblje strelice pokazuju posebno jako izražene karakteristike (slika 23).

Prema metalnim materijalima, tehnička keramika posjeduje sljedeća svojstva:

- viša tvrdoća, posebno na povišenim temperaturama,
- viša pritisna i savojna čvrstoća, posebno na povišenim temperaturama,
- otpornost puzanju,
- viši modul elastičnosti - krutost,
- niža toplinska i električna provodnost - bolja izolacijska svojstva,
- visoka otpornost trošenju,
- visoka kemijska postojanost prema različitim medijima,
- niska gustoća,
- niža toplinska rastezljivost,
- dugoročnija, sigurna opskrba sirovinama.

2. TEORIJSKI DIO

Nedostaci tehničke keramike općenito jesu:

- mala žilavost - visoka krhkost,
- niska otpornost toplinskom umoru (šoku),
- niska vlačna čvrstoća,
- velika rasipanja vrijednosti za svojstva,
- visoki troškovi sirovina i postupaka oblikovanja.

	Keramika	Metal	Polimeri
Tvrdoća	↑	↓	↓
Modul elastičnosti	↑	↑	↓
Otpornost na visoke temperature	↑	↓	↓
Toplinska rastezljivost	↓	↑	↑
Duktilnost	↓	↑	↑
Otpornost na koroziju	↑	↓	↓
Otpornost na trošenje	↑	↓	↓
Električna vodljivost	↑↓	↑	↓
Gustoća	↓	↑	↓
Toplinska vodljivost	↑↓	↑	↓

↑ Tendencija k višim vrijednostima

↓ Tendencija k nižim vrijednostima

Slika 23. Usporedba svojstava keramike, metala i polimera.

2.6. KERAMOGRAFIJA

Keramografija je područje znanosti o keramici unutar kojeg se stručnjaci bave analizom i boljim razumijevanjem strukture keramike, te razvojem i primjenom tehnika i postupaka izradbe uzoraka za analizu. Time se dobiva bolji uvid u strukturu i svojstva [8].

Pojam keramografija obuhvaća analizu mikrostrukture keramike. Mikrostruktura je nivo strukture približno od 0,1 do 100 μm između valnih duljina vidljive svjetlosti i granice razlučivanja golim okom. Nivo od 100 μm je približno granica razlučivanja ljudskim okom bez pomagala. Nivo strukture veći od 100 μm se katkad zove makrostruktura i neke keramike imaju zrna i pore koje su vidljive golim okom. Mikroskop ne može razlučiti ništa što je značajno manje od vidljivog svijetla, od 360 do 780 nm, ili otprilike 0,4 μm . Skening elektronski mikroskop (SEM) koristi zrake elektrona umjesto vidljive svjetlosti za dobivanje slike, SEM su dobri za promatranje izgleda mikrostrukture kada je mikrostruktura sitnija i kada se ne može promatrati pri valnim duljinama vidljive svjetlosti.

Mikrostruktura keramike uključuje:

- kristalna zrna,
- granice zrna,
- sekundarne faze,
- pore,
- mikropukotine i
- mikrotvrdoću.

Mnoga mehanička, optička, toplinska, električna i druga svojstva keramike odraz su mikrostrukture. Znanstveni radovi često pokušavaju staviti u odnos svojstva i ponašanje materijala sa karakteristikama mikrostrukture. Metode i uvjeti proizvodnje općenito se odražavaju na mikrostrukturu. Korijen uzroka mnogih nedostataka je vidljiv u mikrostrukturi.

Keramografija je dio širokog područja materijalografije koja uključuje sve mikroskopske tehnike analize materijala.

Jasno je da postoje određena ograničenja keramografije, te da ne treba od analize mikro i makrostrukture očekivati previše. Razloga je više. Još uvijek nisu poznate sve pojedinačne ovisnosti između strukture i svojstva keramike, kao i nemogućnost da se u cijelosti

sagledaju pojedinačni i zajednički utjecaj strukture u određenom slučaju. S time je povezana i nemogućnost detaljnijeg uvida i analize mikrostrukture uslijed ograničenosti mikroskopa. Postoji granica razaznavanja pojedinih faza uslijed njihove vrlo male količine, ali i dijelom što se nalaze otopljeni u čvrstoj otopini. Ovo ograničenje keramografije se danas sve više gubi primjenom elektronske mikroskopije. Najveći problem analize keramografije leži u subjektivnoj i vrlo često kvalitativnoj ocjeni analize. To znači da su rezultati analize ovisni o stručnjaku koji je provodi, da li je iskusan, umoran..., a i ti rezultati su vrlo često kvalitativni, npr. “veći ili manji” ili sl. Stoga je danas veliki napredak učinjen na području kvantitativne keramografije primjenom automatske analize slike.

Usprkos svim ovim ograničenjima danas se suvremena ispitivanja keramike ne mogu zamisliti bez keramografije.

2.6.1. IZRADA KERAMOGRAFSKIH UZORAKA

Osnovni uvjet za uspješnu analizu strukture keramike i ispravne rezultate je da analizirani uzorak bude reprezentativan i dobro pripremljen.

Postupaci izrade uzorka mogu se svrstati u dvije osnovne grupe:

- uzimanje uzorka i
- priprava uzorka.

Tehnike koje su uključene u pripravu uzorka za keramografiju su sljedeće (slika 25) [8]:

1. rezanje uzorka
2. ulijevanje uzorka u polimerni materijal
3. brušenje
4. poliranje
5. nagrivanje.

2.6.1.1. UZIMANJE UZORAKA REZANJEM

Svrha rezanja uzorka je izdvojiti reprezentativnog uzorka iz keramičke komponente koja će biti prikladan za brušenje, poliranje i promatranje pod mikroskopom ili izdvojiti dijelove uzorka koji je zanimljiv za istraživanje. Rezanje uzorka se obavlja visoko brzim uređajem za rezanje koji ima metalni disk na kojem su nanešene čestice dijamanta. Rezanje se provodi uz hlađenje vodom. Rezanje se provodi uz opterećenje od 5 do 10 N (od 500 do 1000 g) i brzinu okretanja diska od 2000 do 5000 °/min za čvrstu keramiku. Za većinu

2. TEORIJSKI DIO

vatrootpornih materijala, cement i poluvodiče, koristi se opterećenje od 1 N i brzina okretanja diska od 500 °/min.

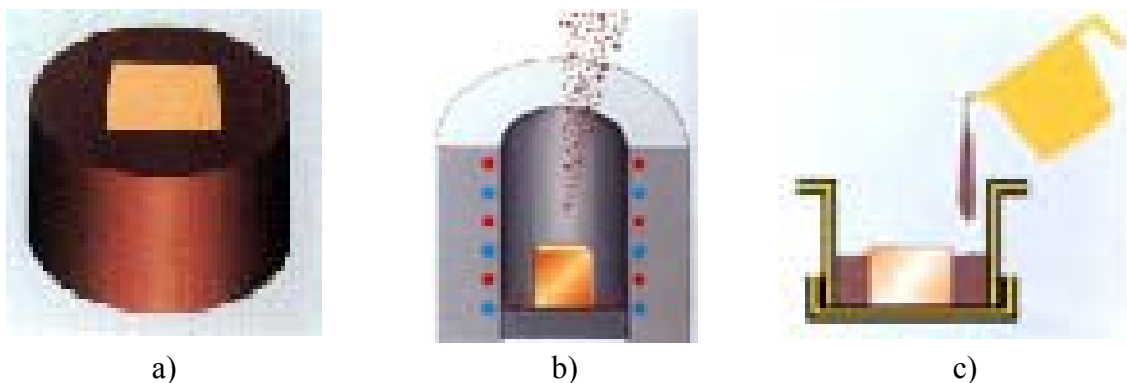
Rezanje uzorka mora uvijek biti obavljeno na način da oštećenja budu minimalna, kao što su pregrijavanje, dislokacije, pojave granice dvojnika, pukotine na ili blizu izrezane površine. Keramika obično nije sklona oštećenjima usljed pregrijavanja kao većina drugih materijala, tekuće sredstvo za hlađenje mora se koristiti. Keramika mora biti netopiva u sredstvu za hlađenje. Neke keramike i minerali u svojoj strukturi sadrže faze koje su topljive u vodi, kao npr. CrO_3 u nekim vatrootpornim materijalima stoga se mora rezati uz alkohol kao sredstvo za hlađenje. Mogu se koristiti i drugi materijali za diskove, ali se uvijek mora uzeti u obzir oštećenja koja mogu nastati uz primjenu diska napravljenog od nekog drugog materijala za rezanje. Ako želimo povećati brzinu rezanja bolje je povećati brzinu okretanja diska nego opterećenje. Veća opterećenja uzrokuju veće oštećenje ispitnog uzorka nego veća brzina okretanja diska. Površina koju režemo u promjeru mora biti 10 do 50 % promjera kalupa koji se koristi. Dobar odabir je ako je promjer uzorka od 5 do 10 mm, visina ispitnog uzorka od 5 do 10 mm i kalup od polimernog materijala promjera od 25 do 30 mm.

U nekim slučajevima potrebno je opisati površinu prijeloma. Da bi napravili prijelomnu površinu potrebno je zasjeći uzorak sa dijamantnim diskom da iniciramo lom. Uzorak se stegne u škripac i udariti čekićem prema zasječenom dijelu uzorka. Ova tehnika je korisna kada je uzorak prevelik za rezanje ili kada je metoda nagrizanja nedostupna.

Kada je rezanje završeno sljedi čišćenje i sušenje uzorka.

2.6.1.2. ULIJEVANJE UZORAKA U POLIMERNI MATERIJAL

Zbog malih dimenzija, nepravilnog oblika, ali i potrebe uvida u mikrostrukturu na rubovima uzorka najčešće se oni prije brušenja trebaju uliti u posebna sredstva koja omogućuju njihov prihvat i kvalitetnu pripremu. Ulijevanje može biti toplo, prešanjem s granulatom na povišenim temperaturama do 180 °C i tlaku do 4 bara (slika 24 b) ili hladno uz pomoć dvo ili trokomponentnih sredstava (slika 24 c).



Slika 24. Ulijevanje uzoraka: a) uzorak u masi, b) ulijevanje na toplo i c) ulijevanje na hladno.

Nije potrebno naglašavati da je danas na tržištu moguće pronaći niz proizvođača koji nude široki asortiman opreme za pripremu uzoraka: uređaja za automatsko brušenje i poliranje, različite preše, vakuum impregnatore, rezalice, kao i različiti potrošni materijal.

2.6.1.3. MEHANIČKA PRIPREMA UZORKA: BRUŠENJE I POLIRANJE

Mehanička priprema uzorka uključuje [8]:

- brušenje i
- poliranje uzorka.

Brušenjem se uklanjaju tragovi rezanja, ravnamo uzorak i čistimo površinu uzorka. Poliranjem se uklanjaju nepravilnosti nastale prethodnom obradbom. Za brušenje se koristi vezani abraziv – abrazivna zrna su vezane na brusni papir ili brusnu ploču. Za poliranje se koriste slobodne čestice abraziva na tkanini, tako da su abrazivne čestice u suspendirane u sredstvu za podmazivanje i mogu se okretati ili klizati preko tkanine i uzorka.

Neke tvrtke ne prave razliku između brušenja i poliranja, ali koriste termin lepanje za brušenje ili grubo poliranje sa abrazivnom suspenzijom na ploči od tvrdog metala. Lepanje se koristi u keramografiji i proizvodnji keramike za bi dobili ekstremno ravnu površinu.

Keramografski uzorci mogu se brusiti i polirati ručno, ali sa automatskim uređajima dobiva se površina daleko bolje kvalitete, rezultati su reproducibilni. Ručno brušenje omogućuje bolju kontrolu dubine brušenja nego automatsko brušenje, koje može biti važno kada nas zanima poprečni presjek pri specifičnoj dubini. Automatska oprema je daleko skuplja nego uređaji za ručno poliranje.

Abrazivi od dijamanta se preporučuju za brušenje većine keramike, ali papir silicijeva karbida (SiC) i ploče kubičnog bor nitrida (CBN) su također u uporabi. Završetak svakog koraka obrade površine abrazivnim česticama je kada su potpuno uklonjene sve nepravilnosti (npr. pukotine ili ogrebotine) koje su nastale u prethodnom koraku.

2.6.1.4. ANALIZA UZORKA NAKON POLIRANJA

Na poliranom uzorku određuje se da li uzorak sadrži [8]:

- pore,
- mikropukotine,
- sekundarne faze,
- određuje se mikrotvrdoća i
- žilavost.

2.6.1.5. NAGRIZANJE

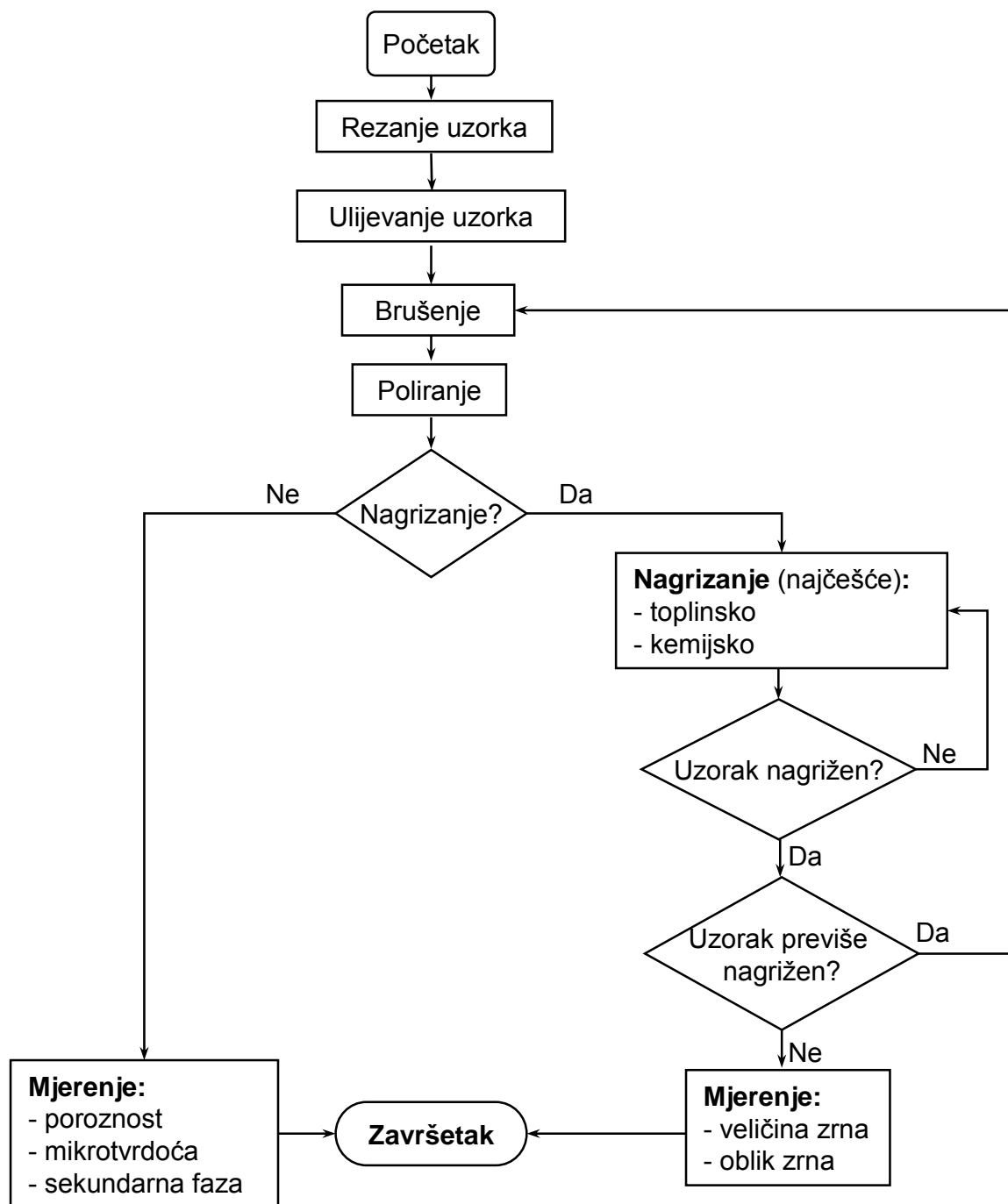
Keramički materijali se najčešće nagrizzaju [8]:

- toplinski i
- kemijski

Druge metode nagrizzanja: elektrolitičko nagrizzanje, nagrizzanje u talinama soli, ionsko nagrizzanje, toplinsko bojanje, interferirajući sloj, plazma nagrizzanje, termokemijsko nagrizzanje, reljefno poliranje [8].

2.6.1.6. ANALIZA UZORKA NAKON NAGRIZANJA

Nakon nagrizzanja uzorku se određuje oblik i veličina kristalnog zrna.



Slika 25. Dijagram tijeka priprave uzorka za keramografiju [8].

3. EKSPERIMENTALNI DIO

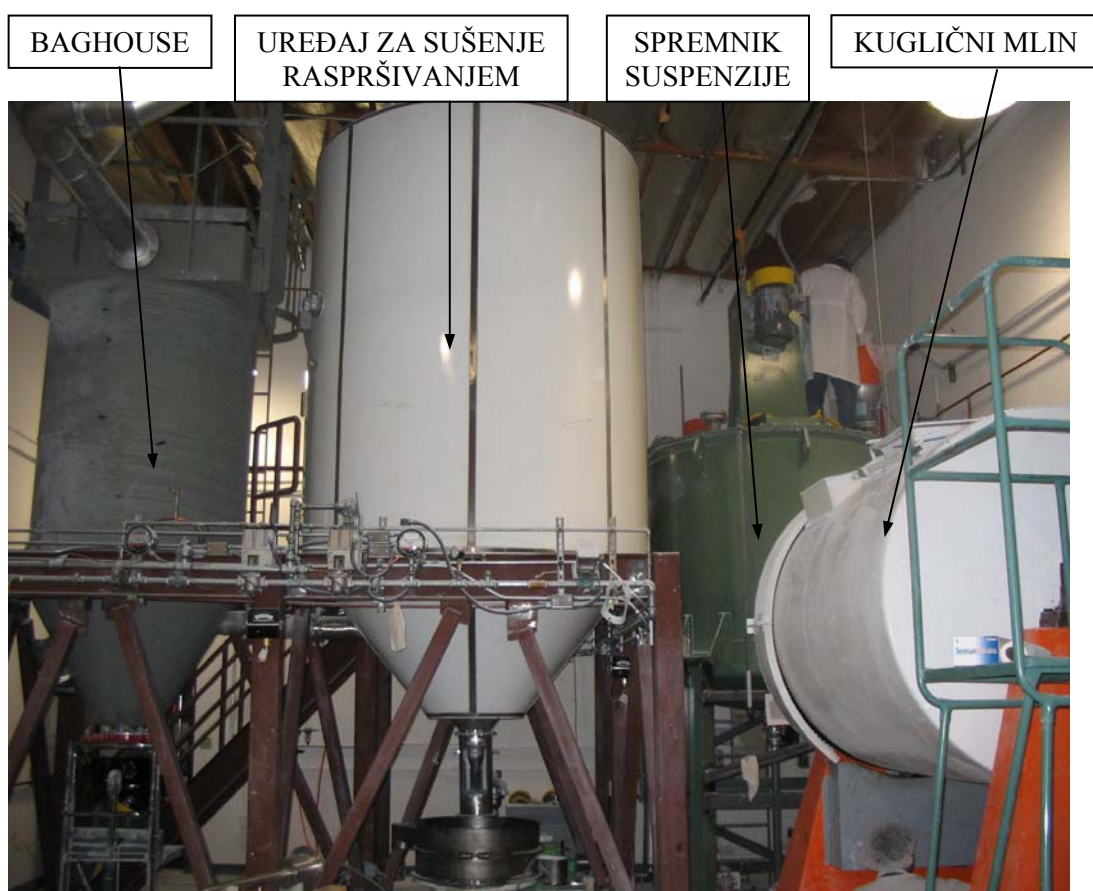
3.1. SIROVINE, ADITIVI I PRIPREMA GRANULATA ALUMINIJEVOG OKSIDA (Al_2O_3) ZA OBLIKOVANJE

Kao sirovina za pripremu keramičkog praška korišten je aluminijev oksid oznake RAC-45B, proizvođača Alcan, Canada.

Priprava praška (granulata) aluminijevog oksida za oblikovanje sastoji se od sljedećih faza:

- Miješanje sirovine Al_2O_3 s destiliranom vodom u kugličnom mlinu (slika 26).
- Dobivena suspenzija premješta se u spremnik sa mikserom i dodaju se aditivi (slika 26).
- Premještanje suspenzije u uređaj za sušenje raspršivanjem (slika 26).
- Sijanje praška (granulata) nakon sušenja raspršivanjem (slika 27).

Priprava praška aluminijevog oksida (Al_2O_3) (granulata za prešanje), oblikovanje uzoraka i sinteriranje obavljeno je u tvrtki Applied Ceramics, Inc., Fremont, Kalifornija, USA.



Slika 26. Priprema keramičkog praška za oblikovanje.



Slika 27. Sijanje Al_2O_3 praška nakon sušenja raspršivanjem.

3.1.1. KVALITATIVNA ANALIZA SIROVINE I GRANULATA ALUMINIJEVOG OKSIDA SKENING ELEKTRONSKIM MIKROSKOPOM (SEM)

Postupak pripreme uzorka za promatranje skening elektronskim mikroskopom (SEM): ljepljiva dvostrana grafitna traka se zalijepi na metalni nosač te se potom nanese malo praška Al_2O_3 sirovine i keramičkog praška (granulata) te se promatra pod različitim povećanjem da bi odredili oblik granulata za prešanje.

3.2. ODREĐIVANJE RAZDIOBE VELIČINE ZRNA GRANULATA ALUMINIJEVOG OKSIDA (Al_2O_3)

Razdioba veličine zrna granulata aluminijevog oksida (Al_2O_3) određena je prema U.S. standardu A.S.T. M. E-11 za sitenu analizu. Podaci o oznakama sita i veličina otvora sita koji su korišteni za sitenu analizu su prikazani u tablici 9.

3. EKSPERIMENTALNI DIO

Tablica 9. Sita za sitenu analizu prema U.S. standard A.S.T. M. E-11.

Broj sita	veličina otvora sita, μm	veličina otvora sita, mm	veličina zrna, μm
35	500	0,500	> 500
50	300	0,300	300 - 500
70	212	0,212	212- 300
100	150	0,150	150 – 212
140	106	0,106	106 – 150
200	75	0,075	75 – 106
270	53	0,053	53 – 75
325	45	0,045	45 - 53

3.2.1. POSTUPAK ODREĐIVANJA RAZDIOBE VELIČINE ZRNA GRANULATA ALUMINIJEVOG OKSIDA (Al_2O_3)

Oko 100 g uzorka praška (granulata) aluminijevog oksida (Al_2O_3) dobivenog sušenjem raspršivanjem se stavi na set sita prema U.S. standardu A.S.T. M. E-11 za sitenu analizu. Sita se stave na automatku tresilicu 10 min (slika 28). Nakon 10 minuta sita se uklone sa automatske tresilice i na analitičkoj vagi odredi se masa svake pojedine frakcije. Mjerenja se ponove četiri puta i odredi se srednja vrijednost mjerenja.



Slika 28. Automatska tresilica za sitenu analizu.

3.3. OBLIKOVANJE UZORAKA IZOSTATIČKIM PREŠANJEM

Oko 20 kg uzorka granulata aluminijevog oksida (Al_2O_3) dobivenog sušenjem raspršivanjem (SD) prosijano je kroz set sita prema U.S. standardu A.S.T. M. E-11 (tab. 9). Sakupljene su frakcije sa sljedećim veličinama zrna:

- 212 – 300 μm
- 150 – 212 μm
- 106 – 150 μm
- 75 – 106 μm
- 53 – 75 μm
- 45 – 53 μm
- < 45 μm

Da bi se odredio utjecaj veličine zrna granulata aluminijevog oksida (Al_2O_3) na gustoću sirovca priređeni su ispitni uzorci u obliku cilindra.

Od uzorka praška koji je dobiven sušenjem raspršivanjem (SD) i od svih gore navedenih frakcija koje su prikupljene sijanjem uzorka SD kroz set sita, hladnim izostatičkim prešanjem oblikovana su po četiri cilindra tlakom prešanja od 90 MPa (slika 29).



Slika 29. Izostatička preša.

3. EKSPERIMENTALNI DIO

Da bi se odredio utjecaj veličine zrna granulata aluminijevog oksida i tlaka prešanja na gustoću sirovca priređeni su ispitni uzorci u obliku cilindra koji su prešani različitim tlakom hladnim izostatičkim prešanjem. Od uzorka praška koji je dobiven sušenjem raspršivanjem (SD) i najučestalijih frakcija nakon sijanja kroz set sita (tablica 9), hladnim izostatičkim prešanjem oblikovana su po četiri cilindra tlakom prešanja od 35, 58 i 69 MPa. Najučestalije frakcije su sa sljedećim veličinama zrna: 150 – 212 μm ; 106 – 150 μm i 75 – 106 μm (slika 34).

Dobiveni sirovci, u obliku cilindra, su strojno obrađeni do približno istih dimenzija (slika 30). Točna dimenzija uzoraka sirovca, visina cilindra i promjer cilindra, određena je pomičnim mjerilom. Ti podaci su korišteni za određivanje dimenzijske gustoće sirovca. Svim uzorcima izmjerena je masa na analitičkoj vagi (slika 31).



Slika 30. Primjer jednog ispitnog uzorka sirovca aluminijevog oksida (Al_2O_3).

3.4. SINTERIRANJE I ODREĐIVANJE GUSTOĆE SINTERIRANIH UZORAKA

Nakon određivanja dimenzijske gustoće i mase uzoraka sirovca uzorci su stavljeni u plinsku peć na sinteriranje (slika 32). Vrijeme sinteriranja je 140 sati, a temperatura sinteriranja je 1650 $^{\circ}\text{C}$, uz postepeno grijanje i hlađenje.

Nakon sinteriranja svim uzorcima su pomičnim mjerilom izmjerene dimenzije, visina cilindra i promjer cilindra. Ti podaci su korišteni za određivanje skupljanja uzoraka po promjeru i visini. Potom je uzorcima određena masa i Archimedova gustoća u destiliranoj vodi na analitičkoj vagi (slika 31).

3. EKSPERIMENTALNI DIO



Slika 31. Analitička vaga za mjerenje mase ispitnih uzoraka te za određivanje Archimedove gustoće sinteriranih ispitnih uzoraka.



(a)



(b)

Slika 32. a) Visokotemperaturna peć za sinteriranje, b) kontrola temperature u peći.

Razdioba veličine zrna aluminijevog oksida (Al_2O_3) određena je prema U.S. standardu A.S.T. M. E-11 za sitenu analizu. Podaci o oznakama sita i veličina otvora sita koji su korišteni za sitenu analizu su prikazani u tablici 9.

3.5. PRIPREMA SINTERIRANOG UZORKA ALUMINIJEVE OKSIDNE KERAMIKE (Al_2O_3) ZA KERAMOGRAFIJU

3.5.1 ZALIJEVANJE UZORKA

Masa za zalijevanje uzorka je „Acry Fix Kit“, dok je vrijeme skrućivanja cca. 9 - 11 min. Prije zalijevanja uzorka masa se miješa ~ 1 min i nakon skrućivanja odnosno vađenja iz kalupa slijedi pranje u vodi.

3.5.2 BRUŠENJE (Diamond Grinding Disc)

Prvi dio brušenja sastoji se od tri koraka, odnosno triju dijamantnih brusnih ploča različitih granulacija i to:

1. grit 120 – 181 μm ,
2. grit 220 – 65 μm ,
3. grit 600 – 20 μm .

Broj okretaja brusnih ploča je negdje oko 300 °/min.

Prije stavljanja ploča se prvo navlaži zatim se uključi vrtanja i brusi dok ne dobijemo željenu ravninu. Nakon završene jedne faze brušenja, skinuta ploča se ispiru u vodi uz mali dodatak deterdženta za suđe i za tim slijedi sljedeća faza brušenja na isti način.

Potom slijedi brušenje na brusne papire finoće 1200; 2400 i 400 gdje vremenski brušenje po jednom brusnom papiru iznosi oko 1 min. Jednim papirom mogu se brusiti najviše dva uzorka.

Poslije druge faze brušenja slijedi poliranje.

3.5.3 POLIRANJE

1. **Stupanj:** poliranje dijamantnom pastom veličine čestica dijamanta od 6 μm ,
 - Podloga DP-Mol
 - Lubrikant BLUE
 - Vrijeme do 5 min. ovisno o veličini uzorka.
2. **Stupanj:** poliranje dijamantnom pastom veličine čestica dijamanta od 3 μm ,
 - Podloga, lubrikant i vrijeme isto isto kao u prvom stupnju.
3. **Stupanj:** poliranje dijamantnom pastom veličine čestica dijamanta od 1 μm ,

3. EKSPERIMENTALNI DIO

- Ovaj stupanj provodi se po potrebi jer je uzorak dovoljno dobar i sa drugim stupnjem odnosno sa 3 μm .
- Podloga OP Chem , a vrijeme je od 2 do 5 min.

Napomena: poslije svakog stupnja potrebno je uzorak dobro oprati vodom i deterdžentom.

4. REZULTATI I DISKUSIJA

4.1. KEMIJSKI SASTAV SIROVINE I KERAMIČKOG PRAŠKA (Al_2O_3)

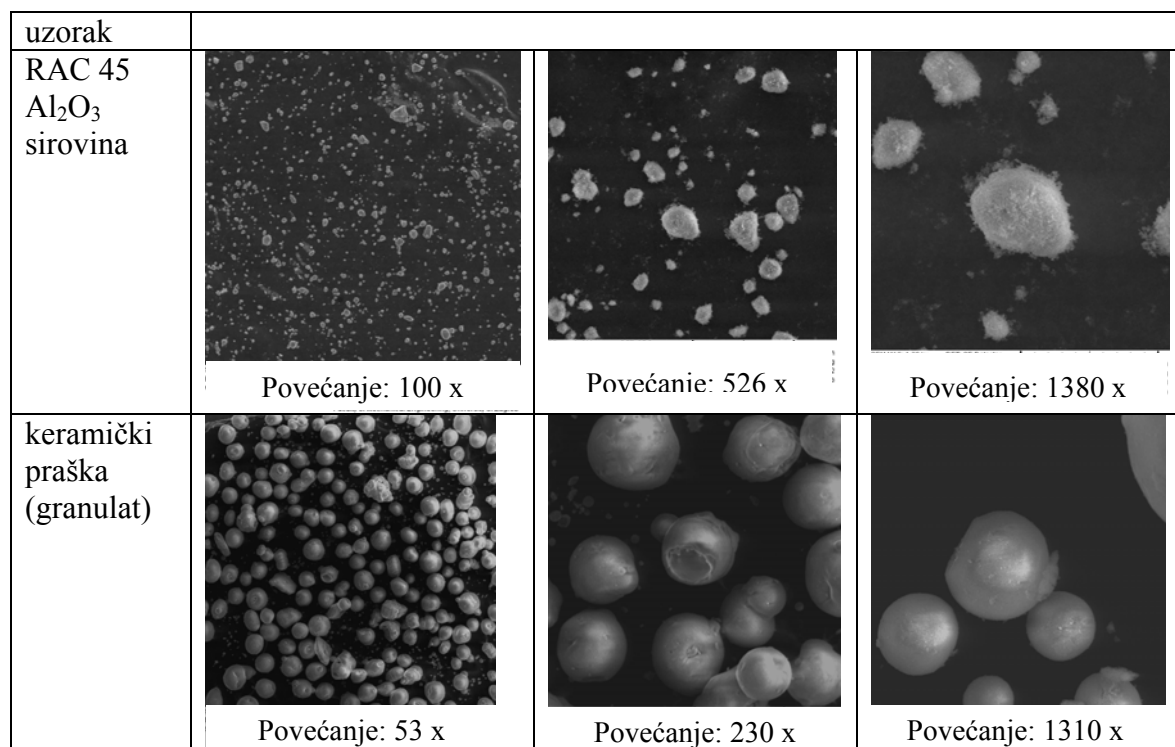
Rezultati kemijske analize sirovine i keramičkog praška (granulata) aluminijevog oksida (Al_2O_3) prema deklaraciji proizvođača sirovine (Alaca, Kanada) i proizvođača granulata aluminijevog oksida (Applied Ceramics, Inc., Kalifornija) prikazani su u tablici 10. Sadržaj nečistoća određen je spektrometrijskom metodom induktivno spregnutom plazmom (ICP).

Tablica 10. Kemijski sastav uzorka sirovine i granulata aluminijevog oksida (Al_2O_3).

uzorak Al_2O_3	w, %								
	MgO	Fe_2O_3	SiO_2	Na_2O	CaO	TiO_2	ZnO	LiO_2	Al_2O_3
sirovina	0,049	0,01	0,02	0,03	--	--	--	--	ostatak
granulat	0,066	0,015	0,02	0,05	0,013	0,002	0,001	0,005	ostatak

4.2. SEM SNIMKE UZORAKA Al_2O_3 SIROVINE I KERAMIČKOG PRAŠKA

Dobivene SEM snimke uzoraka Al_2O_3 sirovine i keramičkog praška (granulata) prikazane su na slici 33.



Slika 33. SEM snimke uzoraka Al_2O_3 sirovine i keramičkog praška (granulata) uz različito povećanje.

4. REZULTATI I DISKUSIJA

Na temelju rezultata kemijske analize granulata aluminijevog oksida (tablica 10) može se uočiti da granulati sadrži 99,8 % Al_2O_3 .

Iz dodivenih rezultata može su uočiti da je većina granula dobivena sušenjem raspršivanjem sfernog oblika, također se može uočiti da neke granule imaju nepravilnosti u strukturi tj. udubljenje ili su nepravilnog oblika.

4.3. REZULTATI SITENE ANALIZE PRAŠKA GRANULATA ALUMINIJEVOG OKSIDA (Al_2O_3)

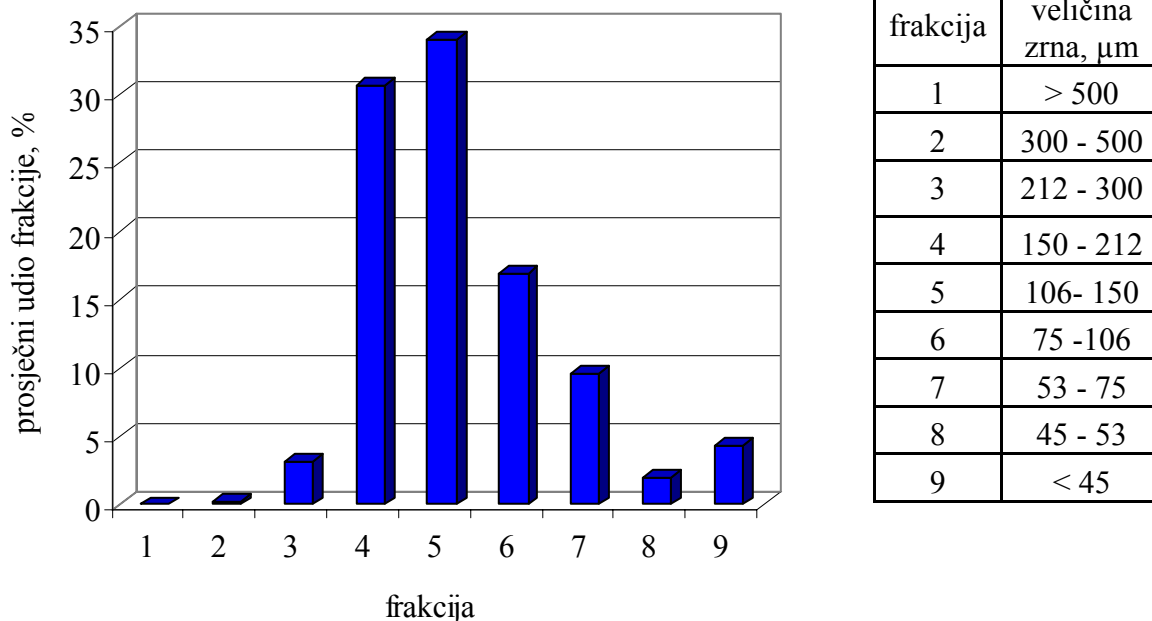
Rezultati sitene analize praška granulata aluminijevog oksida (Al_2O_3) nakon sušenja raspršivanjem (SD) prikazani su u tablici 11 i na slici 34.

Tablica 11. Sitena analiza praška granulata aluminijevog oksida (Al_2O_3) nakon sušenja raspršivanjem (SD).

broj frakcije	veličina zrna, μm	udio zrna, %				prosječni udio zrna (uzorci A-D), %
		uzorak A	uzorak B	uzorak C	uzorak D	
1	> 500	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
2	300 - 500	0,08	0,20	0,23	0,12	0,16
3	212 - 300	2,83	3,13	3,01	3,50	3,12
4	150 - 212	29,33	30,11	27,28	32,71	30,72
5	106 - 150	34,69	35,48	32,14	33,88	34,05
6	75 - 106	16,69	16,32	18,38	16,24	16,91
7	53 - 75	9,72	8,90	11,45	8,41	9,62
8	45 - 53	2,07	1,86	2,43	1,52	1,97
9	< 45	4,59	4,01	5,09	3,62	4,33

Iz dobivenih rezultata sitene analize (tablica 11 i slika 34) može se uočiti da je normalna razdioba veličine zrna granulata aluminijevog oksida (Al_2O_3), najučestalije frakcije su sa veličinom zrna od 75 – 106 μm , 106 – 150 μm i 150 - 212 μm .

4. REZULTATI I DISKUSIJA



Slika 34. Razdioba veličina zrna granulata aluminijevog oksida (Al_2O_3) nakon sušenja raspršivanjem (SD).

4.4. REZULTATI GUSTOĆE SIROVCA, SINTERIRANIH UZORAKA ALUMINIJEVOG OKSIDA (Al_2O_3)

Rezultati mjerenja dimenzija ispitnih uzoraka sirovca, njihove mase i izračunate dimenzijske gustoće prikazani su u tablicama 12, 14, 16 i 18.

Rezultati mjerenja skupljanja i Archimedova gustoća sinteriranih uzorka prikazani su u tablicama 13, 15, 17 i 19.

4. REZULTATI I DISKUSIJA

Tablica 12. Dimenzijska gustoća sirovaca za uzorke keramičkog praška aluminijevog oksida (Al_2O_3) koji su prešani tlakom od 90 MPa.

veličina zrna, μm	oznaka uzorka	promjer sirovca, cm	visina sirovca, cm	m (sirovca), g	gustoća sirovca, g/cm^3	prosječna gustoća sirovca, g/cm^3
SD	1A	1,7856	2,5514	14,4479	2,2613	2,2587
	1B	1,7907	2,5552	14,5421	2,2597	
	1C	1,7971	2,5540	14,6247	2,2577	
	1D	1,7971	2,5552	14,6229	2,2563	
212 - 300 μm	3A	1,7907	2,5489	14,4613	2,2677	2,2617
	3B	1,7882	2,5540	14,5635	2,2718	
	3C	1,7958	2,5527	14,6330	2,2708	
	3D	1,7983	2,5578	14,6841	2,2701	
150 - 212 μm	4A	1,7844	2,5603	14,5037	2,2653	2,2649
	4B	1,7932	2,5540	14,5985	2,2632	
	4C	1,7958	2,5540	14,6594	2,2662	
	4D	1,7958	2,5502	14,6284	2,2648	
106 - 150 μm	5A	1,7844	2,5514	14,4902	2,2711	2,2672
	5B	1,7907	2,5489	14,5480	2,2663	
	5C	1,7971	2,5552	14,6932	2,2671	
	5D	1,7971	2,5502	14,6452	2,2642	
75 - 106 μm	6A	1,7844	2,5489	14,5076	2,2761	2,2676
	6B	1,7945	2,5540	14,6231	2,2638	
	6C	1,7983	2,5540	14,7007	2,2662	
	6D	1,7983	2,5527	14,6815	2,2644	
53 - 75 μm	7A	1,7869	2,5565	14,5441	2,2686	2,2673
	7B	1,7945	2,5540	14,6654	2,2704	
	7C	1,7996	2,5578	14,7522	2,2676	
	7D	1,7996	2,5591	14,7283	2,2628	
45 - 53 μm	8A	1,7805	2,5502	14,4455	2,2640	2,2682
	8B	1,7907	2,5527	14,5632	2,2598	
	8C	1,7920	2,5578	14,6532	2,2661	
	8D	1,7920	2,5591	14,5923	2,2525	
< 45 μm	9A	1,7844	2,5552	14,4955	2,2686	2,2702
	9B	1,7920	2,5578	14,6790	2,2755	
	9C	1,7958	2,5476	14,6921	2,2769	
	9D	1,7983	2,5641	14,7181	2,2599	

Iz rezultata koji su prikazani u tablici 12 je vidljivo da gustoća ispitnih uzoraka sirovaca raste sa smanjenjem veličine zrna praška (granulata) aluminijevog oksida (Al_2O_3) uz isti tlak prešanja. Promjena u gustoći je mala, na treću decimalu. Uzorak koji je dobiven prešanjem SD praška (uzorak keramičkog praška, granulata, nakon sušenja raspršivanjem koji sadrži sve frakcije s razdiobom frakcija kako je prikazano na slici 34) ima prosječnu gustoću od $2,2587 \text{ g/cm}^3$.

4. REZULTATI I DISKUSIJA

Tablica 13. Skupljanje i Archimedova gustoća sinteriranih uzorka aluminijske okside (Al_2O_3) keramike, za uzorke koji su prešani tlakom od 90 MPa.

veličina zrna, μm	oznaka uzorka	promjer nakon sint., cm	visina nakon sint., cm	skupljanje promjera nakon sint., %	skupljanje visine nakon sint., %	Arch. gustoća, g/cm^3	prosj. Arch. gustoća, g/cm^3
SD	1A	1,4808	2,1184	20,58	20,44	3,8998	3,9031
	1B	1,4859	2,1209	20,51	20,48	3,8978	
	1C	1,4910	2,1146	20,53	20,78	3,9096	
	1D	1,4897	2,1158	20,63	20,77	3,9051	
212 - 300 μm	3A	1,4821	2,1209	20,39	20,24	3,8987	3,9009
	3B	1,4872	2,1298	20,24	19,86	3,8959	
	3C	1,4910	2,1209	20,27	20,30	3,9036	
	3D	1,4935	2,1247	20,24	20,20	3,9055	
150 - 212 μm	4A	1,4821	2,1260	20,39	20,43	3,8978	3,9036
	4B	1,4948	2,1247	19,97	20,20	3,8997	
	4C	1,4910	2,1171	20,44	20,64	3,9090	
	4D	1,4897	2,1158	20,55	20,53	3,9077	
106 - 150 μm	5A	1,4834	2,1234	20,29	20,16	3,9036	3,9093
	5B	1,4859	2,1158	20,51	20,47	3,9051	
	5C	1,4923	2,1196	20,43	20,55	3,9142	
	5D	1,4910	2,1171	20,53	20,46	3,9141	
75 - 106 μm	6A	1,4859	2,1158	20,09	20,47	3,9094	3,9126
	6B	1,4821	2,1234	21,08	20,28	3,9079	
	6C	1,4910	2,1171	20,61	20,64	3,9176	
	6D	1,4923	2,1171	20,51	20,58	3,9156	
53 - 75 μm	7A	1,4859	2,1234	20,26	20,39	3,9094	3,9138
	7B	1,4897	2,1209	20,46	20,42	3,9120	
	7C	1,4923	2,1209	20,60	20,60	3,9198	
	7D	1,4910	2,1133	20,70	21,09	3,9140	
45 - 53 μm	8A	1,4808	2,1184	20,41	20,62	3,9116	3,9150
	8B	1,4859	2,1196	20,60	20,55	3,9103	
	8C	1,4872	2,1184	20,58	20,86	3,9195	
	8D	1,4859	2,1133	20,85	21,03	3,9185	
< 45 μm	9A	0,5825	2,1133	20,60	20,91	3,9121	3,9164
	9B	0,5840	2,1184	20,80	20,74	3,9125	
	9C	0,5860	2,1082	20,65	20,84	3,9212	
	9D	0,5860	2,1196	20,82	20,97	3,9197	

Iz rezultata koji su prikazani u tablici 13 je vidljivo da gustoća ispitnih sinteriranih uzoraka raste sa smanjenjem veličine zrna praška aluminijskog oksida (Al_2O_3) uz isti tlak prešanja. Gustoća sinteriranih uzoraka je veća u odnosu na gustoću sirovaca zato što sinteriranjem dolazi do skupljanja ispitnih uzoraka za oko 21 %. Promjena u gustoći je mala, na treću decimalu. Teorijska gustoća Al_2O_3 je $3,986 \text{ g/cm}^3$. Izmjerena gustoća ispitnih uzoraka kreće se od 3,9031 do 3,9164 g/cm^3 što iznosi od 97,92 do 98,25 % teorijske gustoće.

4. REZULTATI I DISKUSIJA

Tablica 14. Dimenzijska gustoća sirovaca za uzorke keramičkog praška aluminijevog oksida (Al_2O_3) koji su prešani tlakom od 69 MPa.

veličina zrna, μm	oznaka uzorka	promjer sirovca, cm	visina sirovca, cm	m (sirovca), g	gustoća sirovca, g/cm^3	prosječna gustoća sirovca, g/cm^3
SD	1A _I	1,7932	2,6340	14,9234	2,2433	2,2462
	1B _I	1,8009	2,6175	14,9719	2,2457	
	1C _I	1,8034	2,6200	15,0295	2,2458	
	1D _I	1,8034	2,6073	14,9844	2,2500	
150 - 212 μm	4A _I	1,7958	2,6162	14,8310	2,2382	2,2370
	4B _I	1,8021	2,6124	15,0144	2,2532	
	4C _I	1,8123	2,6289	15,1550	2,2348	
	4D _I	1,8186	2,6314	15,1878	2,2219	
106 - 150 μm	5A _I	1,7920	2,6162	15,0533	2,2814	2,2450
	5B _I	1,8034	2,6264	15,0838	2,2484	
	5C _I	1,8059	2,6238	15,0125	2,2337	
	5D _I	1,8034	2,6289	14,8820	2,2162	
75 - 106 μm	6A _I	1,7958	2,6187	14,9630	2,2560	2,2563
	6B _I	1,8034	2,6264	15,1410	2,2570	
	6C _I	1,8085	2,6251	15,2690	2,2644	
	6D _I	1,8136	2,6340	15,2960	2,2481	

Iz rezultata koj su prikazani u tablici 14 je vidljivo da gustoća ispitnih uzoraka sirovaca raste sa smanjenjem veličine zrna praška (granulata) aluminijevog oksida (Al_2O_3) uz isti tlak prešanja. Promjena u gustoći je mala, na treću decimalu. Uzorak koji je dobiven prešanjem SD praška (uzorak keramičkog praška, granulata, nakon sušenja raspršivanjem koji sadrži sve frakcije s razdiobom frakcija kako je prikazano na slici 34) ima prosječnu gustoću od 2,2462. Usporedbom gustoća sirovca dobivenog prešanjem tlakom od 69 i 90 MPa može se uočiti da je postignuta manja gustoća sirovca prešanjem sa tlakom od 69 MPa u odnosu na tlak od 90 MPa. Dakle, smanjenjem tlaka prešanja smanjuje se gustoća sirovaca.

4. REZULTATI I DISKUSIJA

Tablica 15. Skupljanje i Archimedova gustoća uzorka aluminijske okside (Al_2O_3) keramike nakon sinteriranja, za uzorke koji su prešani tlakom od 69 MPa.

veličina zrna, μm	oznaka uzorka	promjer nakon sint., cm	visina nakon sint., cm	skupljanje promjera nakon sint., %	skupljanje visine nakon sint., %	Arch. gustoća, g/cm^3	prosj. Arch. gustoća, g/cm^3
SD	1A _I	1,4872	2,1806	20,58	20,79	3,8900	3,8954
	1B _I	1,4935	2,1742	20,58	20,39	3,8873	
	1C _I	1,4935	2,1692	20,75	20,78	3,8993	
	1D _I	1,4961	2,1590	20,54	20,76	3,9051	
150 - 212 μm	4A _I	1,4884	2,1679	20,65	20,68	3,891	3,8975
	4B _I	1,4948	2,1793	20,56	19,87	3,8909	
	4C _I	1,4961	2,1742	21,14	20,91	3,9045	
	4D _I	1,4961	2,1819	21,56	20,61	3,9036	
106 - 150 μm	5A _I	1,4948	2,1730	19,88	20,40	3,8936	3,9018
	5B _I	1,4961	2,1755	20,54	20,72	3,8967	
	5C _I	1,4884	2,1755	21,33	20,61	3,9084	
	5D _I	1,4821	2,1768	21,68	20,77	3,9085	
75 - 106 μm	6A _I	1,4897	2,1679	20,55	20,80	3,9007	3,9077
	6B _I	1,4961	2,1806	20,54	20,44	3,9008	
	6C _I	1,5011	2,1692	20,47	21,02	3,9148	
	6D _I	1,4999	2,1755	20,91	21,07	3,9145	

Iz rezultata koj su prikazani u tablici 15 je vidljivo da gustoća ispitnih sinteriranih uzoraka raste sa smanjenjem veličine zrna praška aluminijskog oksida (Al_2O_3) uz isti tlak prešanja. Gustoća sinteriranih uzoraka je veća u odnosu na gustoću sirovaca zato što sinteriranjem dolazi do skupljanja ispitnih uzoraka za oko 21 %. Promjena u gustoći je mala, na treću decimalu. Teorijska gustoća Al_2O_3 je $3,986 \text{ g/cm}^3$. Izmjerena gustoća ispitnih uzoraka kreće se od 3,8954 do 3,9077 g/cm^3 što iznosi od 97,73 do 98,03 teorijske gustoće. Ako usporedimo vrijednosti izmjerene gustoće nakon sinteriranja uzoraka koji su prešani tlakom od 90 i 69 MPa, može se uočiti da smanjenjem tlaka prešanja se smanjuje i gustoća sirovaca.

4. REZULTATI I DISKUSIJA

Tablica 16. Dimenzijska gustoća sirovaca za uzorke keramičkog praška aluminijevog oksida (Al_2O_3) koji su prešani tlakom od 58 MPa.

veličina zrna, μm	oznaka uzorka	promjer sirovca, cm	visina sirovca, cm	m (sirovca), g	gustoća sirovca, g/cm^3	prosječna gustoća sirovca, g/cm^3
SD	1A _{II}	1,7958	2,6149	14,7141	2,2217	2,2202
	1B _{II}	1,8021	2,6213	14,8631	2,2230	
	1C _{II}	1,8098	2,6314	15,0000	2,2160	
	1D _{II}	1,8098	2,6251	14,9914	2,2201	
150 - 212 μm	4A _{II}	1,7983	2,6111	14,7491	2,2239	2,2228
	4B _{II}	1,8059	2,6162	14,9194	2,2263	
	4C _{II}	1,8136	2,6200	15,0396	2,2222	
	4D _{II}	1,8136	2,6302	15,0761	2,2190	
106 -150 μm	5A _{II}	1,7958	2,6111	14,7155	2,2251	2,2242
	5B _{II}	1,8034	2,6162	14,8821	2,2270	
	5C _{II}	1,8098	2,6276	15,0000	2,2192	
	5D _{II}	1,8072	2,6276	14,9989	2,2253	
75 - 106 μm	6A _{II}	1,7856	2,6251	14,6333	2,2260	2,2275
	6B _{II}	1,7907	2,6251	14,7413	2,2298	
	6C _{II}	1,7958	2,6175	14,7916	2,2312	
	6D _{II}	1,7958	2,6213	14,7576	2,2228	

Tablica 17. Skupljanje i Archimedova gustoća uzorka aluminijeve oksidne (Al_2O_3) keramike nakon sinteriranja, za uzorke koji su prešani tlakom od 58 MPa.

veličina zrna, μm	oznaka uzorka	promjer nakon sint., cm	visina nakon sint., cm	skupljanje promjera nakon sint., %	skupljanje visine nakon sint., %	Arch. gustoća, g/cm^3	pros. Arch. gustoća, g/cm^3
SD	1A _{II}	1,4834	2,1590	21,06%	21,12%	3,8803	3,8854
	1B _{II}	1,4897	2,1666	20,97%	20,98%	3,8818	
	1C _{II}	1,4961	2,1666	20,97%	21,45%	3,8891	
	1D _{II}	1,4948	2,1641	21,07%	21,30%	3,8902	
150 - 212 μm	4A _{II}	1,4859	2,1577	21,03%	21,01%	3,8827	3,8875
	4B _{II}	1,4973	2,1641	20,61%	20,89%	3,8841	
	4C _{II}	1,4999	2,1628	20,91%	21,14%	3,8927	
	4D _{II}	1,4973	2,1679	21,12%	21,32%	3,8905	
106 -150 μm	5A _{II}	1,4834	2,1654	21,06%	20,59%	3,8874	3,8917
	5B _{II}	1,4834	2,1603	21,58%	21,11%	3,8879	
	5C _{II}	1,4935	2,1628	21,17%	21,49%	3,8972	
	5D _{II}	1,4923	2,1679	21,11%	21,21%	3,8942	
75 - 106 μm	6A _{II}	1,4783	2,1730	20,79%	20,81%	3,8831	3,8946
	6B _{II}	1,4796	2,1654	21,03%	21,23%	3,8917	
	6C _{II}	1,4859	2,1577	20,85%	21,31%	3,9029	
	6D _{II}	1,4846	2,1539	20,96%	21,70%	3,9008	

4. REZULTATI I DISKUSIJA

Tablica 18. Dimenzijska gustoća sirovaca za uzorke keramičkog praška aluminijevog oksida (Al_2O_3) koji su prešani tlakom od 35 MPa.

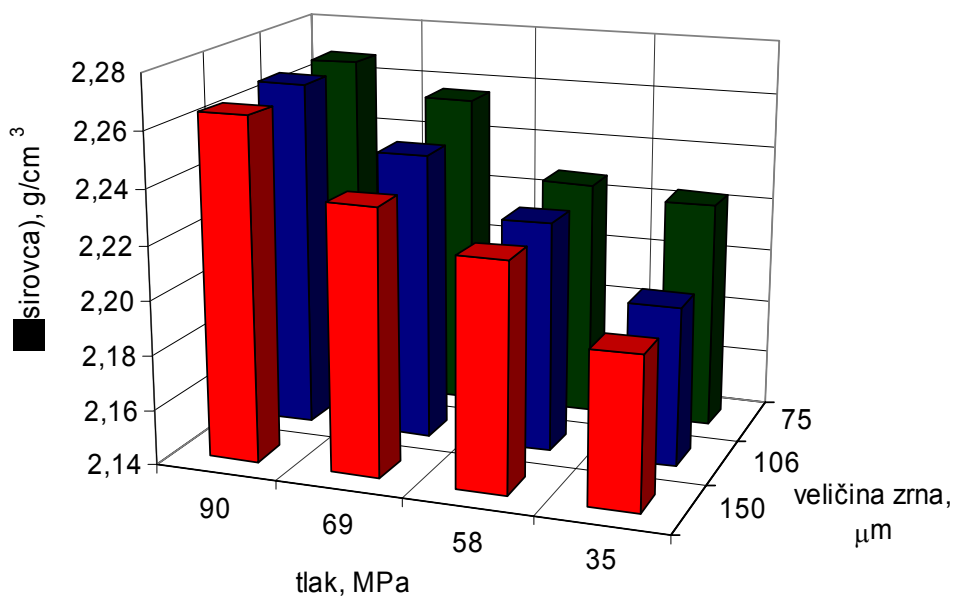
veličina zrna, μm	oznaka uzorka	promjer sirovca, cm	visina sirovca, cm	m (sirovca), g	gustoća sirovca, g/cm^3	prosječna gustoća sirovca, g/cm^3
SD	1A _{III}	1,7920	2,5603	14,1919	2,1978	2,1930
	1B _{III}	1,7932	2,5718	14,2557	2,1948	
	1C _{III}	1,7932	2,5705	14,2441	2,1941	
	1D _{III}	1,7932	2,5641	14,1515	2,1852	
150 - 212 μm	4A _{III}	1,7882	2,5629	14,1410	2,1971	2,1952
	4B _{III}	1,7920	2,5692	14,2278	2,1958	
	4C _{III}	1,7920	2,5591	14,1674	2,1951	
	4D _{III}	1,7920	2,5591	14,1518	2,1927	
106 - 150 μm	5A _{III}	1,7844	2,5591	14,1106	2,2050	2,1980
	5B _{III}	1,7869	2,5667	14,1469	2,1979	
	5C _{III}	1,7894	2,5654	14,1619	2,1951	
	5D _{III}	1,7882	2,5654	14,1353	2,1941	
75 - 106 μm	6A _{III}	1,7805	2,5641	13,9960	2,3488	2,2237
	6B _{III}	1,7856	2,5806	14,1145	2,1841	
	6C _{III}	1,7907	2,5641	14,0756	2,1797	
	6D _{III}	1,7882	2,5591	14,0251	2,1824	

Tablica 19. Skupljanje i Archimedova gustoća uzorka aluminijeve oksidne (Al_2O_3) keramike nakon sinteriranja, za uzorke koji su prešani tlakom od 35 MPa.

veličina zrna, μm	oznaka uzorka	promjer nakon sint., cm	visina nakon sint., cm	skupljanje promjera nakon sint., %	skupljanje visine nakon sint., %	Arch. gustoća, g/cm^3	prosj. Arch. gustoća, g/cm^3
SD	1A _{III}	1,4757	2,1046	21,43%	21,65%	3,8552	3,8569
	1B _{III}	1,4752	2,1128	21,56%	21,72%	3,8555	
	1C _{III}	1,4740	2,1110	21,66%	21,77%	3,8569	
	1D _{III}	1,4719	2,1044	21,83%	21,85%	3,8601	
150 - 212 μm	4A _{III}	1,4732	2,1034	21,38%	21,85%	3,8588	3,8599
	4B _{III}	1,4727	2,1082	21,68%	21,87%	3,8601	
	4C _{III}	1,4727	2,1006	21,68%	21,83%	3,8590	
	4D _{III}	1,4714	2,0980	21,78%	21,97%	3,8618	
106 - 150 μm	5A _{III}	1,4691	2,1044	21,46%	21,61%	3,8675	3,8665
	5B _{III}	1,4684	2,1039	21,69%	22,00%	3,8667	
	5C _{III}	1,4699	2,1034	21,74%	21,97%	3,8658	
	5D _{III}	1,4707	2,1046	21,59%	21,89%	3,8661	
75 - 106 μm	6A _{III}	1,4635	2,1003	21,66%	22,08%	3,8738	3,8735
	6B _{III}	1,4638	2,1077	21,99%	22,44%	3,8736	
	6C _{III}	1,4651	2,0993	22,23%	22,14%	3,8726	
	6D _{III}	1,4635	2,0950	22,18%	22,15%	3,8741	

4.5. UTJECAJ VELIČINE ZRNA GRANULATA ALUMINIJEVOG OKSIDA I TLAKA PREŠANJA NA GUSTOĆU SIROVCA I SINTERIRANIH UZORAKA

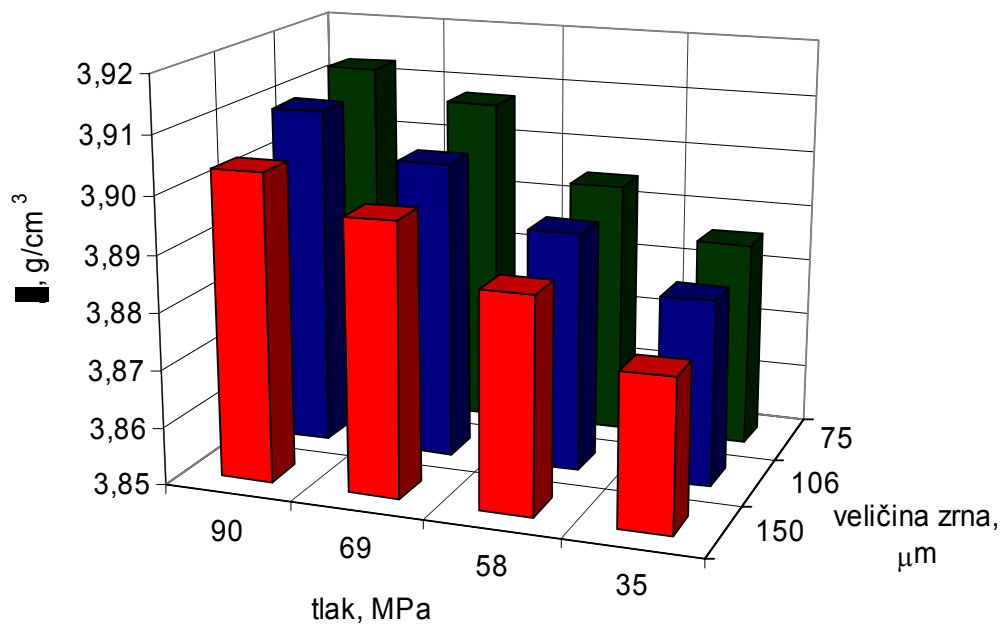
Utjecaj veličine zrna granulata aluminijevog oksida i tlaka prešanja na gustoću sirovca prikazan je na slici 35. Utjecaj veličine zrna granulata aluminijevog oksida i tlaka prešanja na gustoće sinteriranih uzoraka prikazan je slici 36.



Slika 35. Utjecaj veličine zrna aluminijevog oksida i tlaka prešanja na gustoću sirovca.

Iz grafičkog prikaza (slika 35) utjecaja veličine zrna granulata aluminijevog oksida i tlaka prešanja na gustoću sirovca može se uočiti da se gustoća sirovca povećava sa povećanjem tlaka prešanja i sa smanjenjem veličine zrna granulata.

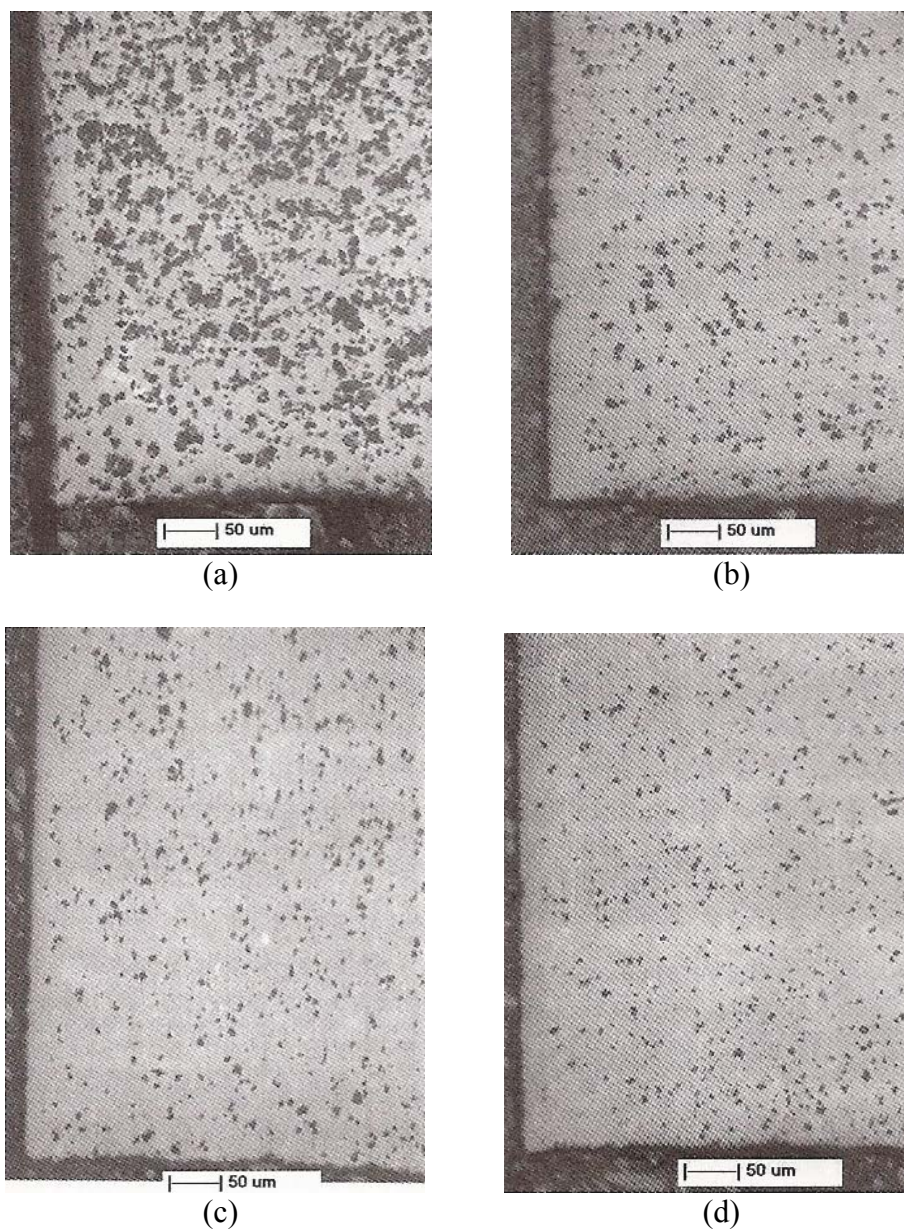
4. REZULTATI I DISKUSIJA



Slika 36. Utjecaj veličine zrna granulata aluminijevog oksida i tlaka prešanja na gustoću sinteriranih uzoraka.

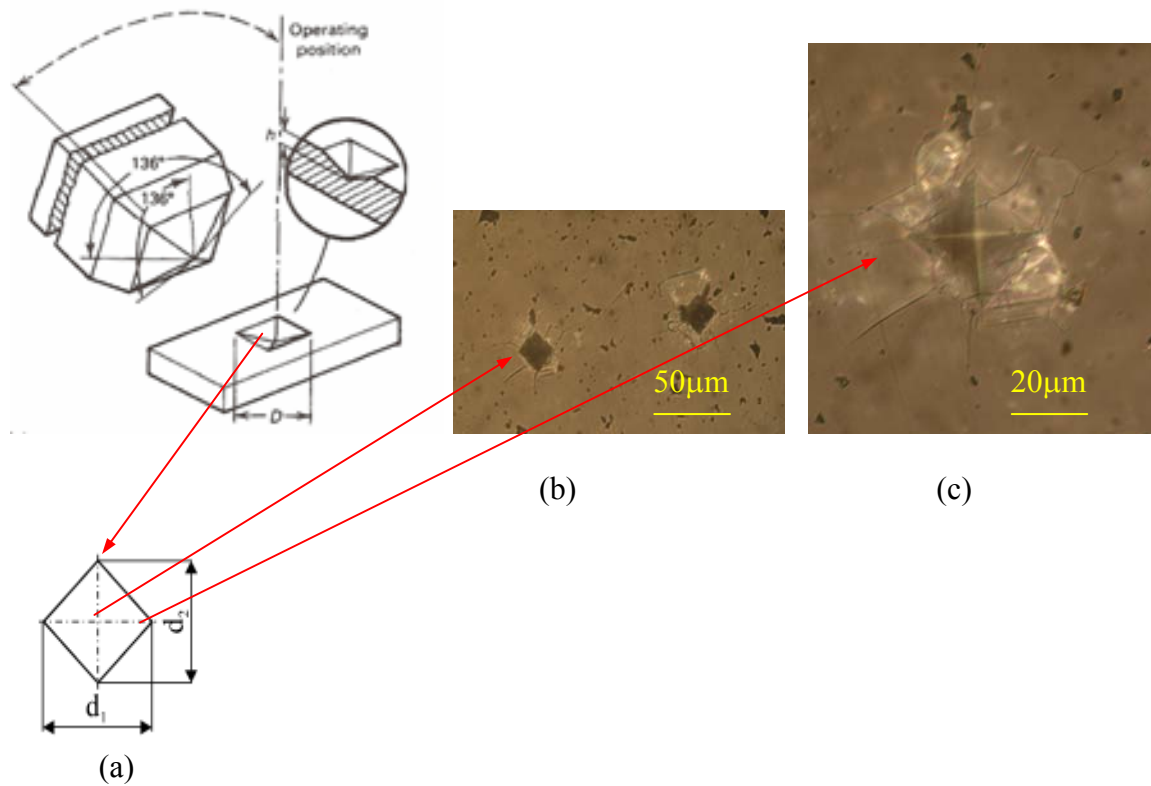
Iz grafičkog prikaza (slika 36) utjecaja veličine zrna granulata aluminijevog oksida i tlaka prešanja na gustoću sinteriranih uzoraka može se uočiti da se gustoća sinteriranih uzoraka povećava sa povećanjem tlaka prešanja i sa smanjenjem veličine zrna granulata.

4.6 REZULTATI KERAMOGRAFIJE



Slika 37. Stanje površine 99,8 %-tne aluminijeve oksidne keramike: (a) nakon poliranja 15 μm dijamantnom pastom; (b) nakon poliranja 6 μm dijamantnom pastom; (c) 3 μm dijamantnom pastom i (d) 1 μm dijamantnom pastom.

a) Tvrdća po Vickersu:



Slika 38. Mjerenje tvrdoće po Vickersu: a) shematski prikaz dijamentne piramide i otiska nakon mjerenja tvrdoće; b, c) otisak dijamentne piramide na poliranoj površini 99,8 %-tne aluminijske oksidne keramike nakon mjerenja tvrdoće HV1, uz različito povećanje.

4. REZULTATI I DISKUSIJA

Tvrdoća po Vickersu:

$$d = 16 \cdot 0.002 = 0.032 \text{ mm} = 32 \text{ } \mu\text{m}$$

$$A = \frac{d^2}{2 \sin(136/2)} = \frac{1.024 \cdot 10^{-3}}{2 \sin(136/2)} =$$
$$= \frac{1.024 \cdot 10^{-3}}{1.85436} = 5.52 \cdot 10^{-4} \text{ mm}^2$$

$$HV1 = 0.102 \frac{F}{A} = 0.102 \frac{9.807}{5.52 \cdot 10^{-4}} = 1811$$

$$\alpha = 136^\circ$$

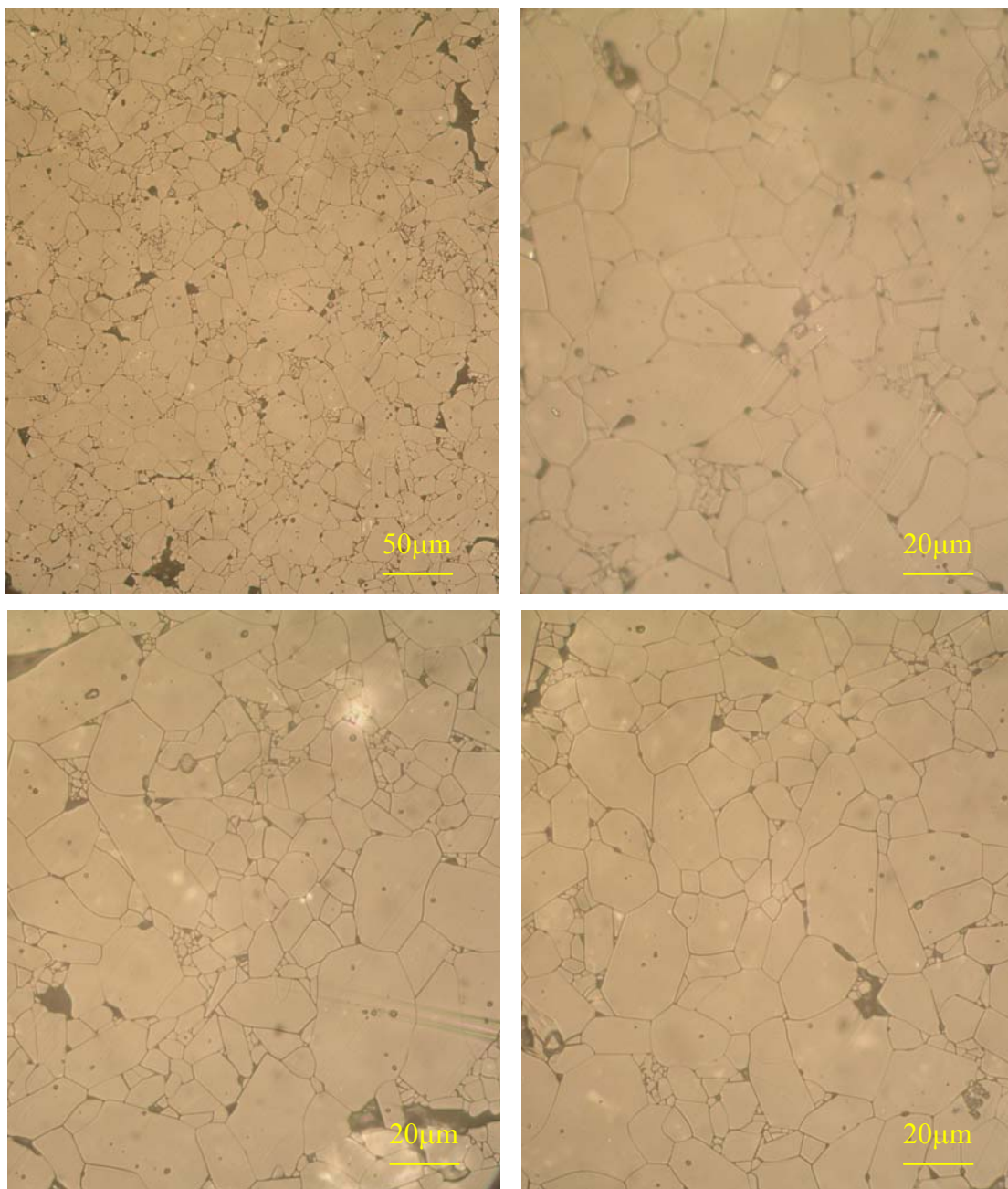
$$HV \left[\frac{K_g f}{\text{mm}^2} \right] = \frac{2 P_{kg} \sin(\alpha/2)}{(d, \text{mm}^2)} = 1.8544 \frac{P_{kg}}{(d, \text{mm}^2)} =$$
$$= 1.8544 \frac{1 \text{ kg}}{1.024 \cdot 10^{-3}} = 1811$$

$$HV (GPa) = 0.0098067 \cdot HV \left[\frac{K_g f}{\text{mm}^2} \right] =$$
$$= 72.742 \frac{P}{(d_1 + d_2)^2} =$$
$$= 0.0098067 \cdot 1811 = 17.7$$

$$HV (GPa) = 72.742 \frac{1000 \text{ g}}{(32 + 32)} = 17.7$$

4. REZULTATI I DISKUSIJA

Da bi odredili veličinu zrna aluminijeve oksidne keramike, nakon poliranja i mjerenja tvrdoće po Vickersu, uzorak je toplinski nagrižen na temperaturi od 1500 °C, 30 min, uz postepeno grijanje i hlađenje. Optičkim mikroskopom promatrana je i snimljena mikrostruktura koja je prikazana na slici 39. Prosječna veličina zrna aluminijeve oksidne keramike određena je metodom kruga i metodom crta. Raspon veličine zrna je od 13 μm do 34 μm , a prosječna veličina zrna je 23,5 μm .



Slika 39. Mikrostruktura aluminijeve oksidne keramike

5. ZAKLJUČCI

Na temelju rezultata provedenih ispitivanja može se zaključiti sljedeće:

- Razdioba veličine zrna granulata aluminijevog oksida (Al_2O_3) je normalna, najučestalije frakcije su sa veličinom zrna od 75 – 106 μm , 106 – 150 μm i 150 - 212 μm .
- Na temelju kvalitativne SEM analize granula može se zaključiti da je većina granula sfernog oblika uz zamjećene nepravilnosti oblika granula.
- Gustoća sirovca se povećava sa povećanjem tlaka prešanja i sa smanjenjem veličine zrna granulata.
- Gustoća sinteriranih uzoraka se povećava sa povećanjem tlaka prešanja i sa smanjenjem veličine zrna granulata.
- Skupljanje svih uzoraka nakon sinteriranja je oko 21 %.
- Izmjerene dimenzijske gustoće sirovca (obzirom na promjenu tlak prešanja i veličinu zrna granula) su od 2,1930 g/cm^3 do 2,2563 g/cm^3 .
- Teorijska gustoća sinterirane aluminijeve oksidne keramike je 3,986 g/cm^3 . Izmjerene gustoće sinteriranih ispitnih uzoraka su od 3,8735 g/cm^3 do 3,9164 g/cm^3 što iznosi od 97,18 do 98,25 % teorijske gustoće.
- Tvrdća HV1 sinteriranog uzorka aluminijeve oksidne keramike (koji je dobiven prešanjem granula koje sadrže sve frakcije i pri tlaku prešanja od 90 MPa) je 1811 .
- Prosječna veličina kristalnog zrna sinteriranog uzorka aluminijeve oksidne keramike je 23,5 μm , a raspon veličine kristalnog zrna je od 13 μm do 34 μm .

6. LITERATURA

- [1] TOMISLAV FILETIN, IVAN KRAMER: Tehnička keramika (prijevod), FSB, 2005.
- [2] A. ČIŽMEK: Moderne keramike i staklokeramike; Ruđer 3 (1996).
- [3] M.W. BARSOUM: Fundamentals of ceramics, IOP Publishing Ltd, 2003.
- [4] H. YANAGIDA, K. KOUMOTO, M. MIYAYAMA: The Chemistry of Ceramics, John Wiley & Sons, New York, 1996.
- [5] D.R. ASKELAND, P.P. PHULE: The Science and Engineering of Materials, Books/Cole-Thomson Learning, USA, 2003.
- [6] JAMES S. REED: Principles of Ceramics Processing; New York, 1995.
- [7] ALAN G. KING: Ceramic Technology and Processing; Twinsburg, Ohio, 2002.
- [8] RICHARD E. CHINN: Ceramography; Preparation and Analysis of Ceramic Microstructures, 2002.